



**Alexandre Miguel Lopes Ferrão**

Licenciado em Engenharia Civil

## **Impacto do filer no envelhecimento do ligante betuminoso: avaliação da adesão agregado-ligante**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em  
Engenharia Civil-Perfil de Construção

Orientador: Doutora Margarida da Fonseca Macedo Sá da  
Costa Guimarães, Investigadora Auxiliar, LNEC

Co-orientador: Professor Doutor Rui Alexandre Lopes Baltazar  
Micaelo, Professor Auxiliar, FCT/UNL

Júri:

Presidente: Professora Doutora Zuzana Dimitrovová

Arguente: Professor Luís Quaresma

Vogal: Professor Doutor Rui Micaelo



FACULDADE DE  
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Novembro de 2019



“Copyright” Alexandre Miguel Lopes Ferrão, FCT/UNL e UNL

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.



## Agradecimentos

Gostaria de aproveitar a oportunidade para deixar o meu agradecimento e sentimento de gratidão à Doutora Margarida Sá da Costa e ao Professor Doutor Rui Micaelo por me terem orientado, ambos sempre presentes e disponíveis para me orientar e ajudar a ultrapassar os obstáculos que surgiram.

Queria também agradecer ao Laboratório Nacional de Engenharia Civil, mais concretamente ao Núcleo de Materiais Orgânicos (NMO) do Departamento de Materiais (DM) por me ter recebido e facultado as suas instalações e equipamentos para que a presente dissertação de mestrado pudesse ser desenvolvida, como também a todos os técnicos que contribuíram para o mesmo efeito, em especial ao João Santos e à Ana Cruz, igualmente presentes e incansáveis no que à sua disposição para ajudar diz respeito. Agradeço também à Doutora Dória Costa por me ter permitido desenvolver uma parte do trabalho aquando da caracterização das bases de pedra, ao Doutor João Custódio por me ter facultado os agregados de calcário e de granito e ao técnico João Balsinha por me ter ajudado a processar os respetivos agregados, todos eles pertencentes ao Núcleo de Betões, Pedra e Cerâmicos (NBPC) do DM.

Finalmente, mas não menos importante, queria agradecer à minha família e aos meus amigos por terem estado sempre presentes, tanto nos bons como nos maus momentos, contribuindo não só através de palavras de motivação e solidariedade como também através de momentos de maior descontração e tranquilidade.



## Resumo

É conhecido que o envelhecimento das misturas betuminosas causa problemas nos pavimentos que consequentemente se traduzem na degradação dos mesmos. Estas misturas, sendo compostas por agregados e ligantes betuminosos sofrem problemas de desagregação que podem estar associados à perda de adesão entre ambos ou à perda de coesão do ligante betuminoso resultando em roturas adesivas ou coesivas, respetivamente. O envelhecimento do ligante betuminoso está associado a duas fases distintas do seu período de vida, destacando-se no primeiro a oxidação e a volatilização aquando do processo de produção e aplicação das misturas betuminosas e no segundo a oxidação, consequência da exposição prolongada do mesmo ao ar durante o seu período de serviço.

O objetivo deste trabalho consiste em avaliar como evoluem as propriedades adesivas do ligante betuminoso com o envelhecimento na presença de água, com particular foco para a contribuição do filler nesta ligação em função do tipo de ligante betuminoso, de agregado e de envelhecimento para que seja possível chegar a resultados conclusivos.

O betume de pavimentação utilizado é um 50/70 e os mastiques de calcário e de granito obtidos a partir do mesmo são compostos por 30% de filler em teor volumétrico. Todos os envelhecimentos dos diferentes ligantes foram simulados em laboratório recorrendo ao Pressure Ageing Vessel (PAV).

Com o objetivo de obter conclusões foram realizados os ensaios experimentais de penetração com agulha, temperatura de amolecimento, aderência por tração (ensaio de Pull-Off), afinidade entre ligante e agregado (ensaio de desrevestimento com água em ebulição) e medição da energia de superfície livre.

Foi possível concluir que o filler é um agente que endurece o mástico. Ainda que não se verifique uma tendência geral aquando da realização do ensaio de aderência por tração, verifica-se que o envelhecimento provoca um aumento das tensões registadas. Podem ainda ser retiradas conclusões pontuais em função dos materiais, envelhecimento ou exposição à água.

Os mastiques apresentam consideravelmente uma maior resistência ao desrevestimento relativamente ao betume quando submetidos a água em ebulição. Quando envelhecidos, todos os ligantes tendem em apresentar mais desrevestimento.

O ensaio de tensão superficial permite concluir que a água diminui consideravelmente as propriedades adesivas no sistema ligante betuminoso agregado, sendo o granito substancialmente mais sensível relativamente ao calcário.

**Palavras-Chave:** Coesão, Adesão, Resistência à Água, Durabilidade, PAV





## Abstract

It is known that the ageing of bituminous mixtures causes problems in the pavements leading them to degradation. Being composed by aggregates and asphalt binders, they suffer problems that can be related with the loss of adhesion between both or the loss of cohesion in the asphalt binder causing adhesive or cohesive ruptures, respectively. The ageing phenomenon is related with two different phases during its lifetime period, the first is an oxidation and volatilization process that occurs during the production and application of the mixture and the second is only oxidative, happening due to the long contact with the atmosphere's air during its service time.

The main goal of this work is to evaluate the adhesive properties of the asphalt binders when aged when exposed to water, focusing on the participation of the filler on this bond using different bituminous binders, aggregates and ageing times in order to reach some conclusions.

It is used a paving bitumen grade 50/70 and the mastics produced with this bitumen are composed by 30% of filler in volumetric content. All the ageing processes are simulated in the Pressure Ageing Vessel (PAV). Experimental procedures like the penetration with needle, softening point, Pull-Off, affinity between aggregate and bitumen and surface free energy were conducted in order to reach some conclusions.

It is possible to conclude that filler helps to enhance the stiffness of the mastic. Although It was not observed a general tendency in the Pull-Off, it was observed that the ageing of the bituminous mixture raises the tensions registered. Some punctual conclusions can be taken when analysing the same material, ageing time or water exposure.

It was observed that mastics have more resistance to debonding in the presence of water. All the asphalt binders show less resistance to debonding when aged.

The surface free energy measurement shows that water has a strong influence on the asphalt binder aggregate system, decreasing significantly its adhesive properties. It was also observed that the granite aggregate is substantially more sensitive to the action of water comparing to the limestone aggregate.

**Keywords:** Cohesion, Adhesion, Water Resistance, Durability, PAV



# Índice

Resumo .....	V
Abstract .....	VII
Índice.....	IX
Índice de figuras .....	XI
Índice de tabelas.....	XV
Siglas e Abreviaturas .....	XVII
Símbolos .....	XVIII
1 Introdução.....	1
1.1 Enquadramento .....	1
1.2 Objetivos e metodologia de estudo .....	3
1.3 Estrutura e organização da dissertação .....	3
2 Revisão da Literatura .....	5
2.1 Considerações Gerais .....	5
2.1.1 Betume .....	6
2.1.2 Mastique.....	8
2.2 Envelhecimento .....	10
2.2.1 Mecanismo de envelhecimento .....	10
2.2.2 Forma de simular o envelhecimento.....	13
2.3 Adesão e Coesão do betume/mastique.....	14
2.3.1 Geral .....	14
2.3.2 Mecanismo de perda de adesão/coesão .....	18
2.4 Tensão superficial.....	20
2.4.1 Geral .....	20
2.4.2 Método de Wilhelmy .....	23
3 Procedimento experimental.....	27
3.1 Programa Experimental .....	27
3.2 Materiais.....	28

3.2.1	Betume .....	28
3.2.2	Filer .....	29
3.2.3	Agregados .....	30
3.2.4	Bases de Pedra .....	32
3.3	Métodos experimentais .....	33
3.3.1	Fabrico do mastique .....	33
3.3.2	Envelhecimento no PAV .....	35
3.3.3	Porosidade e teor de massa em água das bases de pedra.....	36
3.3.4	Penetração com agulha .....	39
3.3.5	Temperatura de amolecimento.....	40
3.3.6	Aderência por tração (Pull-Off).....	41
3.3.7	Afinidade entre ligante e agregado – Ensaio de água em ebulição (Boiling Water Test) .	45
3.3.8	Tensão superficial.....	50
4	Resultados experimentais .....	53
4.1	Penetração com agulha .....	53
4.2	Temperatura de amolecimento .....	55
4.3	Aderência por tração (Pull-Off).....	56
4.4	Afinidade entre o ligante e o agregado – Ensaio de desrevestimento com água em ebulição (Boiling Water Test).....	60
4.5	Tensão superficial.....	69
5	Considerações finais .....	83
5.1	Conclusões.....	83
5.2	Desenvolvimentos futuros.....	85
	Bibliografia.....	87
	Anexos .....	A1
	Anexo A – Ensaio de Aderência por tração (Pull-Off) .....	A3
	Anexo B – Ensaio para determinação do ângulo de contacto e energia de superfície livre.....	B1

# Índice de figuras

Figura 1.1 - Constituintes de uma camada de um pavimento betuminoso.....	1
Figura 1.2 - Danos causados pela água na mistura betuminosa .....	3
Figura 2.1 - Esquema dos componentes do betume.....	7
Figura 2.2 - Representação esquemática do fracionamento SARA do betume .....	8
Figura 2.3 - Representação da distribuição do betume e filler num masticue.....	9
Figura 2.4 - Alteração da composição do betume durante a mistura e aplicação e ao longo do período de vida útil .....	12
Figura 2.5 - Evolução do processo de desrevestimento causado pela presença de água .....	15
Figura 2.6 - Rotura coesiva e adesiva .....	20
Figura 2.7 - Relação entre o ângulo de contacto entre o betume e o agregado no processo de desrevestimento .....	21
Figura 2.8 – Energia de superfície livre de moléculas interiores e superficiais .....	21
Figura 2.9 - Deslocamento do betume na interface entre o betume e o agregado.....	22
Figura 2.10 - Tensiómetro e elementos necessários para a determinação do ângulo de contacto entre o betume/masticue e líquidos de referência .....	24
Figura 2.11 - Curva tipo histerese característica do tipo de medições utilizando o tensiómetro .....	25
Figura 3.1 - Esquema da metodologia desenvolvida.....	27
Figura 3.2 - Processo de formação do lote de betume homogeneizado. ....	28
Figura 3.3 - Processo de quarteamento do filler de calcário. ....	29
Figura 3.4 - Esquema da quantidade de quarteamentos realizados até obtenção da massa pretendida. ....	30
Figura 3.5 - Peneiração do agregado de calcário. ....	31
Figura 3.6 - Britador utilizado para britar o agregado de granito.....	31
Figura 3.7 - Agregados de granito e calcário depois de lavados e secos. ....	32
Figura 3.8 - Produção de masticue.....	34
Figura 3.9 - Pressure Ageing Vessel (PAV). ....	35
Figura 3.10 - Campânula de vácuo contendo as bases de pedra para determinação das respetivas massas saturadas.....	37
Figura 3.11 - Ensaio de penetração com agulha.....	40
Figura 3.12 - Ensaio de temperatura de amolecimento.....	41
Figura 3.13 - Peças metálicas concebidas para a realização do ensaio de aderência por tração segundo o primeiro método. ....	42
Figura 3.14 - Primeiro método testado para o ensaio de aderência por tração em bases de calcário e de granito.....	42
Figura 3.15 - Processo de preparação do ensaio de aderência por tração com bases de pedra de calcário e granito.....	43
Figura 3.16 - Ensaio de aderência por tração. ....	44

Figura 3.17 - Método adotado para determinação da percentagem de rotura coesiva no ensaio de aderência por tração com recurso à ferramenta AutoCAD. ....	44
Figura 3.18 - Realização da mistura betuminosa com recurso a manta aquecida. ....	46
Figura 3.19 - Misturas soltas (betume e mastiques de calcário e de granito) dispostas em tabuleiros antes de serem envelhecidas em estufa.....	47
Figura 3.20 – Combinações de agregado desrevestido e revestido e respetivas percentagens de desrevestimento utilizadas para determinação da curva de calibração. ....	48
Figura 3.21 - Realização do ensaio de desrevestimento com água em ebulição (Boiling). ....	49
Figura 3.22 - Percentagem de revestimento estimada para método de análise visual.....	50
Figura 3.23 - Lâmina de vidro revestida com betume.....	51
Figura 3.24 - Ensaio de determinação do ângulo de contacto através do método de Wilhelmy. ....	52
Figura 4.1 Variação da penetração com agulha com o tempo de envelhecimento. ....	54
Figura 4.2 - Variação da temperatura de amolecimento com o tempo de envelhecimento.....	55
Figura 4.3 – Variação da tensão obtidas no ensaio de aderência por tração para as bases de calcário com o ligante, o envelhecimento e a exposição.....	57
Figura 4.4 - Variação da tensão obtida no ensaio de aderência por tração para as bases de granito com o ligante, o envelhecimento e a exposição .....	58
Figura 4.5 – Variação da percentagem de rotura coesiva obtida no ensaio de aderência por tração para as bases de calcário com o ligante, o envelhecimento e a exposição. ....	59
Figura 4.6 – Variação da percentagem de rotura coesiva obtida no ensaio de aderência por tração para as bases de granito com a mistura, o envelhecimento e a exposição. ....	60
Figura 4.7 - Comparação entre as curvas de calibração para determinação do desrevestimento do agregado de calcário coberto pelos 3 ligantes não envelhecidos e com envelhecimento de 25 horas. ....	61
Figura 4.8 - Comparação do revestimento inicial e desrevestimento após o ensaio de água em ebulição dos 3 ligantes cobrindo o agregado de calcário. ....	62
Figura 4.9 – Variação do desrevestimento de cada ligante após água em ebulição para envelhecimentos de 0 e 25 horas.....	63
Figura 4.10 - Misturas soltas (betume e mastiques de calcário e de granito) depois de envelhecidas em estufa.....	64
Figura 4.11 - Agrupamento de partículas com o mesmo aspeto visual depois de envelhecidas em estufa. ....	65
Figura 4.12 – Variação do desrevestimento de cada ligante após água em ebulição para envelhecimentos de 25 horas em PAV e realizado sob a forma de mistura solta (em estufa).....	66
Figura 4.13 - Comparação do revestimento inicial e desrevestimento após o ensaio de água em ebulição dos 3 ligantes cobrindo o agregado de granito. ....	67
Figura 4.14 - Comparação entre desrevestimentos do betume B2 (0, 5 e 25H) e agregado limpo.....	69
Figura 4.15 – Variação da força medida com o tempo de envelhecimento em função do deslocamento dos 3 ligantes quando imersas em água. ....	70

Figura 4.16 - Variação da força medida com o tempo de envelhecimento em função do deslocamento dos 3 ligantes quando imersas em diiodometano. ....	71
Figura 4.17 – Variação da força medida com o líquido de referência em função do deslocamento do betume B2 0H.....	72
Figura 4.18 - Variação da força medida com o líquido de referência em função do deslocamento do mastique de calcário B2F1 25H.....	73
Figura 4.19 – Variação dos ângulos de contacto com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando água como líquido de referência. ....	74
Figura 4.20 - Variação dos ângulos de contacto com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando glicerol como líquido de referência. ....	75
Figura 4.21 - Variação dos ângulos de contacto com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando etilenoglicol como líquido de referência. ....	76
Figura 4.22 - Variação dos ângulos de contacto com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando diiodometano como líquido de referência.....	77
Figura 4.23 – Variação da energia de superfície livre com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando a teoria ácido-base.....	78
Figura 4.24 - Variação da energia de superfície livre com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando a teoria.....	79
Figura 4.25 - Variação do trabalho necessário para quebrar ligação adesiva para as bases de calcário em função do ligante, do envelhecimento e da exposição .....	81
Figura 4.26 – Variação do trabalho necessário para quebrar ligação adesiva para as bases de granito em função do ligante, do envelhecimento e da exposição .....	82
Figura A1 - Dimensões das bases de pedra nas quais foram realizados os ensaios de aderência por tração (Pull-Off). ....	A3
Figura A2 - Determinação da massa saturada e massa imersa das bases de pedra.....	A4
Figura A3 - Colocação dos anéis metálicos e respectivas pastas fixadoras e vedantes. ....	A4
Figura A4 - Preenchimento dos anéis perfazendo a espessura de ligante pretendida. ....	A5
Figura A5 - Colocação dos discos metálicos para realização do ensaio de aderência por tração (Pull-Off) através de colagem.....	A5
Figura A6 - Ensaio de aderência por tração (Pull-Off).....	A6
Figura A7 - Determinação das áreas de ensaio e de rotura coesiva .....	A6
Figura B1 - Preparação do recipiente contendo a amostra a caracterizar. ....	B1
Figura B2 - Processo relativo à cobertura das lâminas de vidro.....	B2
Figura B3 - Lâminas de vidro acondicionadas em exsicador.....	B2
Figura B4 - Colocação da lâmina de vidro no tensiómetro. ....	B3
Figura B5 - Propriedades físicas das lâminas de vidro.....	B4
Figura B6 - Propriedades dos líquidos de referência (água). ....	B4
Figura B7 - Configurações relativas ao ensaio.....	B5
Figura B8 - Gráficos força Vs deslocamento e ângulo de contacto Vs deslocamento.....	B5





## Índice de tabelas

Tabela 2.1 – Composição química do betume .....	7
Tabela 2.2 - Mecanismos do envelhecimento do betume.....	13
Tabela 2.3 - Propriedades dos materiais e fatores externos que afetam a ligação entre o betume e o agregado .....	16
Tabela 3.1 - Identificação dos ligantes betuminosos baseada em função da formulação e do envelhecimento.....	28
Tabela 3.2 - Características dos fileres de calcário e granito. ....	29
Tabela 3.3 - Propriedades dos agregados de calcário e granito.....	30
Tabela 3.4 - Combinação de agregado desrevestido e revestido e respectivas percentagens de desrevestimento para determinação da curva de calibração.....	47
Tabela 4.1 - Variação da penetração retida com o tempo de envelhecimento.....	54
Tabela 4.2 - Variação da temperatura de amolecimento entre os ligantes não envelhecidos e envelhecidos.....	56
Tabela 4.3 - Variação do desrevestimento do agregado de calcário com o tempo de envelhecimento obtido por observação.....	68
Tabela 4.4 - Variação do desrevestimento do agregado de granito com o tempo de envelhecimento obtido por observação.....	68



## Siglas e Abreviaturas

<b>AASHTO</b>	American Association of State Highway and Transportation Officials
<b>B2 0H</b>	Betume B2 não envelhecido
<b>B2 5H</b>	Betume B2 envelhecido 5 horas
<b>B2 25H</b>	Betume B2 envelhecido 25 horas
<b>B2F1 0H</b>	Mastique de Calcário não envelhecido
<b>B2F1 5H</b>	Mastique de Calcário envelhecido 5 horas
<b>B2F1 25H</b>	Mastique de Calcário envelhecido 25 horas
<b>B2F2 0H</b>	Mastique de Granito não envelhecido
<b>B2F2 5H</b>	Mastique de Granito envelhecido 5 horas
<b>B2F2 25H</b>	Mastique de Granito envelhecido 25 horas
<b>CEN</b>	Comité Europeu de Normalização
<b>EN</b>	Norma Europeia
<b>LW</b>	Componente de Lifshitz-Van der Waals
<b>Mi</b>	Massa Imersa
<b>Ms</b>	Massa Seca
<b>Msat</b>	Massa Saturada
<b>MVA</b>	Massa Volúmica Aparente
<b>MVASat</b>	Massa Volúmica Aparente Saturada
<b>MVR</b>	Massa Volúmica Real
<b>NP</b>	Norma Portuguesa
<b>PAV</b>	Pressure Ageing Vessel
<b>ppm</b>	Partes por Milhão
<b>RTFOT</b>	Rolling Thin Film Oven Test
<b>SARA</b>	Saturados, Aromáticos, Resinas, Asfaltenos
<b>SHRP</b>	Strategic Highways Research Program
<b>VMA</b>	Voids in the Mineral Aggregate (Vazios no Agregado Mineral)

# Símbolos

<b>%w</b>	Percentagem em massa
<b><math>\Delta F</math></b>	Variação da força registada entre dois pontos de deslocamento conhecido
<b><math>g</math></b>	Aceleração da gravidade
<b><math>m_b</math></b>	Massa de betume
<b><math>m_f</math></b>	Massa de filer
<b><math>P_t</math></b>	Perímetro da lâmina de vidro coberta com betume/mastique
<b><math>v_b</math></b>	Volume de betume
<b><math>v_f</math></b>	Volume de filer
<b><math>V_{im}</math></b>	Volume imerso no líquido de referência
<b><math>\eta_o</math></b>	Viscosidade do betume original
<b><math>\eta_r</math></b>	Viscosidade do betume em fase de recuperação
<b><math>\rho_{ar}</math></b>	Densidade do ar
<b><math>\rho_b</math></b>	Massa volúmica de betume
<b><math>\rho_f</math></b>	Massa volúmica de filer
<b><math>\rho_L</math></b>	Densidade do líquido de referência
<b><math>\sigma</math></b>	Tensão registada
<b><math>\gamma</math></b>	Energia de superfície livre total do material
<b><math>\gamma^+</math></b>	Componente ácida
<b><math>\gamma^-</math></b>	Componente base
<b><math>\gamma_L</math></b>	Energia de superfície do líquido de referência
<b><math>\gamma^{LW}</math></b>	Componente de LW ou dispersiva

# 1 Introdução

## 1.1 Enquadramento

As misturas betuminosas, sendo compostas por agregados (grossos e finos), betume/mastique e vazios de ar (Figura 1.1), são bastante utilizadas como material de pavimentação (Zhang, Airey, & Grenfell, 2016).

Os vazios no agregado mineral (VMA – “Voids in the Mineral Aggregate”) devem ser em quantidade suficiente para garantir uma espessura de ligante betuminoso adequada de maneira a garantir a durabilidade da mistura. Misturas com valores abaixo dos valores mínimos de VMA apresentam reduzidas espessuras de ligante betuminoso o que posteriormente irá resultar numa redução da sua durabilidade (Buncher & Anderson, 2014).

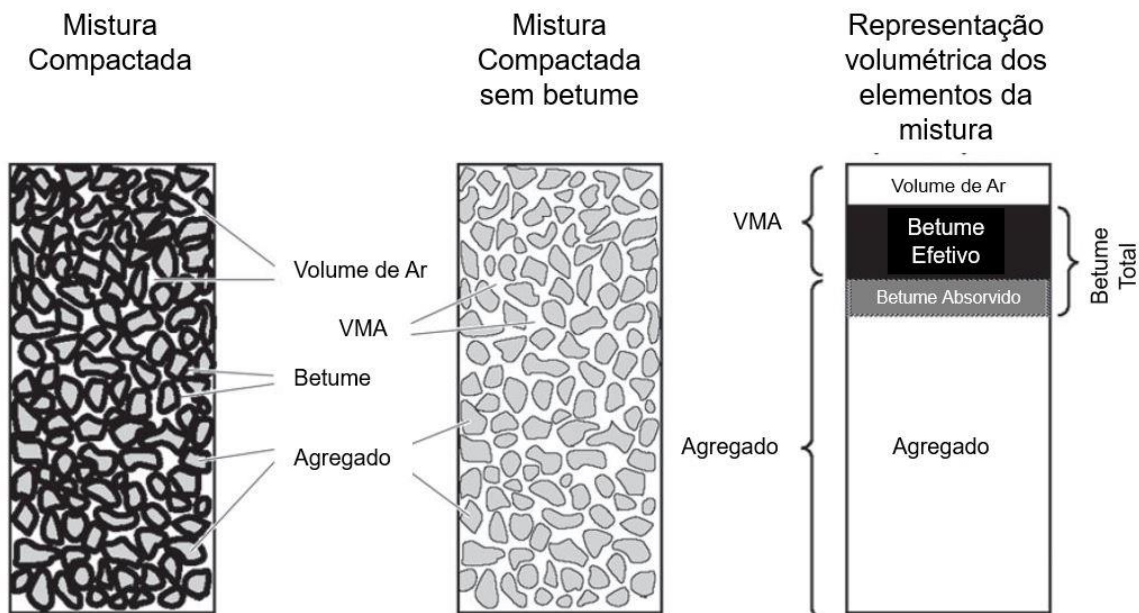


Figura 1.1 - Constituintes de uma camada de um pavimento betuminoso (Adaptado de Asphalt Institute 2014).

É expectável que pavimentos constituídos por misturas betuminosas consigam dar resposta às exigências durante muitos anos até que seja necessária uma intervenção ou reabilitação. Confirmam-se casos de pavimentos que com 40 ou 50 anos ainda conseguem dar resposta às exigências, ainda que estas estejam sujeitas a ambientes de tráfego ligeiro.

Assim como outras matérias orgânicas, o betume sofre um envelhecimento resultante do processo de oxidação, radiação ultravioleta ou a influência da temperatura. O betume envelhecido tem como consequência a perda de algumas propriedades, sendo o endurecimento apenas um exemplo. Esse envelhecimento ocorre durante o processo de armazenamento, mistura e pavimentação

(envelhecimento a curto prazo) e durante o período de serviço do mesmo (envelhecimento a longo prazo) (Read & Whiteoak, 2003).

Ainda que o tráfego e as condições atmosféricas contribuam para a deterioração das misturas betuminosas, a presença de água ou vapor de água é normalmente um dos fatores que mais afeta a durabilidade das mesmas. As propriedades da mistura e os métodos construtivos vão ter influência no desempenho da mesma, conferindo mais ou menos resistência à sua deterioração.

Os danos causados pela água (um deles, o desrevestimento) em pavimentos betuminosos podem ocorrer se a água chegar à interface entre o betume e o agregado, quebrando assim a ligação adesiva que existe entre ambos, resultando no desrevestimento do agregado (Hicks, 1991).

No futuro, os danos causados nos pavimentos betuminosos originados pela água podem aumentar substancialmente na medida em que as alterações climáticas causadas pelo aquecimento global podem resultar em valores mais altos de precipitação que conseqüentemente irão agravar o efeito da água nos pavimentos (Liu, Apeagyei, Ahmad, Grenfell, & Airey, 2014).

Estes danos são uma causa importante dos custos associados à manutenção de autoestradas. Têm sido realizados estudos, desde os anos 50 do século passado, para investigar as causas dos danos provocados pela água nos pavimentos betuminosos e os métodos para minimizar esse efeito. Um ou ambos os seguintes motivos têm originado a maior parte desses estudos:

- Compreender o mecanismo responsável pelos danos causados pela água;
- Desenvolver métodos que permitam avaliar a suscetibilidade dos materiais aos danos causados pela água antes de os mesmos serem aplicados (Bhasin, 2006).

Os danos causados pela água na mistura betuminosa, como o desrevestimento, deformação, desintegração ou abertura de fendas (Figura 1.2), contribuem significativamente para a degradação dos pavimentos betuminosos. Devido ao insuficiente conhecimento relativamente aos danos causados pela água, existem apenas tentativas teóricas para compreender o problema, carecendo o mesmo de soluções práticas. Duas dessas teorias são, contudo, consensualmente aceites. Essas teorias defendem que os dois principais fatores que causam problemas relacionados com a presença de água incluem roturas adesivas (o ligante betuminoso não tem capacidade de aderir ao agregado) e roturas coesivas (perda de coesão do próprio ligante betuminoso, especialmente em mastiques). Além disso, fatores como a compatibilidade entre o ligante betuminoso e o agregado, as propriedades volumétricas do betume bem como o volume de vazios e a permeabilidade das misturas ao vapor de água são de se ter em conta aquando da avaliação da durabilidade dos pavimentos betuminosos (Liu et al., 2014).

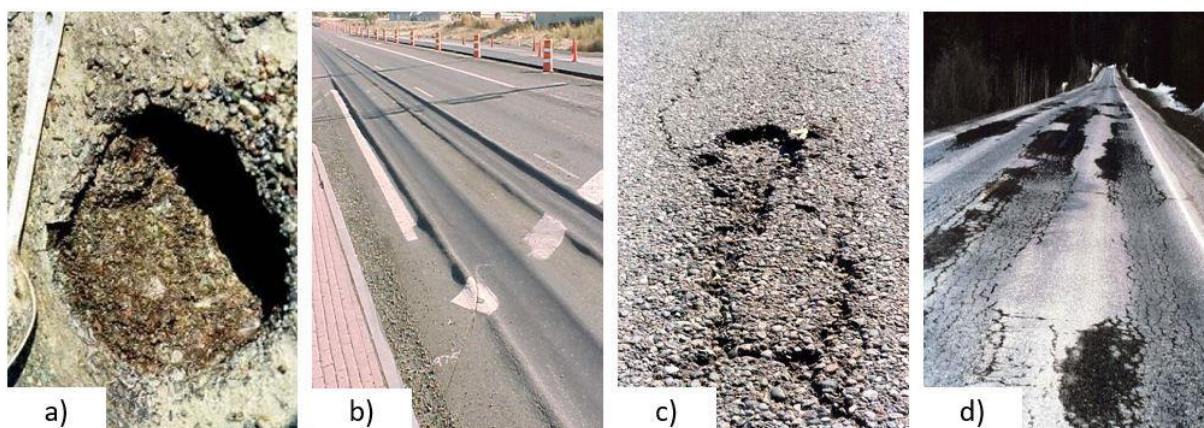


Figura 1.2 - Danos causados pela água na mistura betuminosa: a) desrevestimento b) deformação c) desintegração d) abertura de fendas ("Pavement Interactive - Stripping," 2019).

## 1.2 Objetivos e metodologia de estudo

O seguinte trabalho foi desenvolvido com a intenção de avaliar a forma como evoluem as propriedades adesivas do ligante betuminoso com o envelhecimento na presença de água, com particular foco para a contribuição do filler nas mesmas. São avaliados 3 ligantes diferentes em estado imaculado e submetidos a 1 tipo de envelhecimento (oxidativo) em dois níveis (curto e longo prazo), constituindo assim um total de 3 formulações. São avaliados um betume e dois mastiques (calcário e granito), com o objetivo de entender o efeito das 3 variáveis inerentes a este estudo: a utilização de materiais diferentes, a simulação de vários envelhecimentos e o efeito da presença de água na mistura.

Inicialmente são preparados os ligantes que atravessam um processo de simulação de envelhecimento em condições laboratoriais, através da exposição dos mesmos a condições severas tais como a circulação de ar a temperaturas e pressões elevadas.

Posteriormente cada formulação é caracterizada com a finalidade de serem obtidas conclusões, principal objetivo desta dissertação.

## 1.3 Estrutura e organização da dissertação

A presente dissertação divide-se em cinco capítulos.

O capítulo 1 constitui a introdução, na qual é realizado um enquadramento geral do tema, a descrição da metodologia adaptada e a estrutura organizacional da dissertação.

O capítulo 2 apresenta a revisão da literatura dos diversos temas abordados na presente dissertação tais como as definições de conceitos como o betume, os mastiques betuminosos, o processo de envelhecimento de ambos bem como as características coesivas e adesivas que os mesmos apresentam.

O capítulo 3 descreve todos os materiais utilizados assim como os métodos experimentais a que os mesmos são sujeitos, tais como a preparação, o envelhecimento e a caracterização dos ligantes.

O capítulo 4 apresenta todos os resultados experimentais obtidos, acompanhados de reflexões e possíveis justificações através de comparações realizadas em função do ligante, do envelhecimento, do tipo de agregado e do tipo de exposição (seca ou molhada).

O capítulo 5 encerra a dissertação com as conclusões obtidas com a realização do presente estudo, sugerindo ainda desenvolvimentos futuros para o tema abordado.



## 2 Revisão da Literatura

### 2.1 Considerações Gerais

Os pavimentos são uma componente essencial para os transportes. São maioritariamente revestidos com materiais betuminosos e são concebidas de maneira a resistir a inúmeras repetições de carregamentos, juntando a este fator as variações climáticas que os mesmos estão sujeitos durante o seu período de vida útil. A seleção do material indicado para o pavimento pode aumentar a duração do mesmo, minimizando assim o processo de manutenção e reparação e diminuindo assim o valor dos custos associados (Tabatabaee & Bahia, 2012).

Os principais fatores que afetam a durabilidade das misturas betuminosas, assumindo que foram contruídas corretamente, são o endurecimento e os danos causados pela humidade, que resulta na perda de coesão das mesmas ou na perda de adesão entre o betume/mastique e a superfície dos agregados, resultando no desrevestimento dos mesmos. O envelhecimento da mistura betuminosa manifesta-se sobretudo através do aumento da sua rigidez ou viscosidade (Airey, 2003).

Com o aumento das solicitações e das exigências de qualidade dos pavimentos verifica-se que a espessura total dos pavimentos betuminosos tem vindo a aumentar. Este aumento tem limitado frequentemente as degradações associadas ao fendilhamento por fadiga com origem na base das camadas betuminosas e às deformações permanentes causadas por deformação da fundação.

Embora se minimize o aparecimento de degradações associadas aos principais mecanismos de degradação do pavimento, não se consegue impedir a ocorrência de deformações permanentes e de fendilhamento com origem na superfície, nem a degradação da camada superficial do pavimento. Em parte, este facto pode ser originado por um comportamento inadequado das misturas betuminosas. Assim, é fundamental que se continue a estudar o comportamento das misturas betuminosas em serviço, para se adequar a sua composição e comportamento às novas exigências de um tráfego cada vez mais agressivo.

Para garantir um comportamento adequado das misturas betuminosas é necessário caracterizar inicialmente os seus componentes (agregados, fileres e ligantes betuminosos) (Ribeiro, 2005).

As misturas betuminosas a quente são compostas por agregados minerais que são aglomerados utilizando betume. O betume é um derivado resultante da destilação de crude e os agregados são obtidos através da britagem e processamento de rochas naturais. As propriedades físicas de ambos estão dependentes da sua origem, sendo que as propriedades mecânicas da mistura betuminosa variam significativamente dependendo da proporção e fonte dos materiais constituintes.

Fatores como as propriedades físicas dos materiais, condições de aplicação de carregamento e condições meteorológicas influenciam o impacto causado pela humidade na mistura betuminosa (Bhasin, 2006).

Uma das principais funções do betume é atuar como um agente adesivo. É fundamental que sejam garantidas a ligação entre as partículas que compõem a mistura como também a ligação entre a mistura e uma superfície já existente. Embora o fenómeno de perda de adesão seja algo raro, quando ocorre acarreta custos elevados.

A adesão inicial entre o betume e a maior parte dos agregados, desde que secos e limpos, apresenta poucas complicações. Contudo, o agregado é facilmente molhável por água, podendo representar algumas dificuldades imprevistas que podem ocorrer a qualquer momento durante o período de vida útil da mistura betuminosa, desde o momento em que a mesma é realizada até ao momento em que as cargas são aplicadas no pavimento (Read & Whiteoak, 2003).

### **2.1.1 Betume**

O betume é uma mistura complexa de compostos da qual predominam as estruturas de hidrocarboneto e é produzido removendo as frações leves do petróleo durante o processo de refinação (Read & Whiteoak, 2003).

Tem como principais características o facto de ter propriedades adesivas, ser impermeável, termoplástico, durável, modificável e reciclável. Apresenta uma consistência sólida ou semi-sólida à temperatura ambiente, amolecendo ou enrijecendo à medida que a temperatura aumenta ou diminui, respetivamente. A temperaturas elevadas tem o comportamento de um fluido Newtoniano ou seja, a deformação aumenta proporcionalmente à tensão aplicada, sendo esta a razão pela qual o betume carece de ser aquecido para ter uma trabalhabilidade tal que permita ser misturado e aplicado.

Sendo um material viscoelástico, a polaridade é uma característica importante a ser avaliada. Os componentes polares criam estruturas que conferem propriedades de rigidez ao passo que os menos polares conferem flexibilidade ao betume. Os componentes de polaridade intermédia compatibilizam os de maior e menor polaridade.

Uma análise química elementar a vários betumes permite concluir que apresenta na sua constituição carbono, hidrogénio, enxofre, oxigénio e nitrogénio mas também metais como vanádio, níquel, ferro, manganês, magnésio, cálcio ou sódio estes em quantidade bem inferior relativamente aos primeiros. As percentagens dos elementos anteriormente referidos podem ser encontradas na Tabela 2.1. Contudo, essas percentagens variam consoante a origem do betume (Asphalt Institute, 2015).

Tabela 2.1 – Composição química do betume (Asphalt Institute, 2015).

Elemento	Intervalo
Carbono, %w	80.2 - 84.3
Hidrogénio, %w	9.8 - 10.8
Nitrogénio, %w	0.2 - 1.2
Enxofre, %w	0.9 - 6.6
Oxigénio, %w	0.4 - 1.0
Níquel, ppm	10 - 139
Vanádio, ppm	7 - 1590
Ferro, ppm	5 - 147
Manganês, ppm	0.1 - 3.7
Cálcio, ppm	1 - 335
Magnésio, ppm	1 - 134
Sódio, ppm	6 - 159

No que diz respeito à composição química do betume, este é constituído por dois grandes grupos distintos, denominados asfaltenos e maltenos, subdividindo-se este último em saturados, aromáticos e resinas (Figura 2.1).

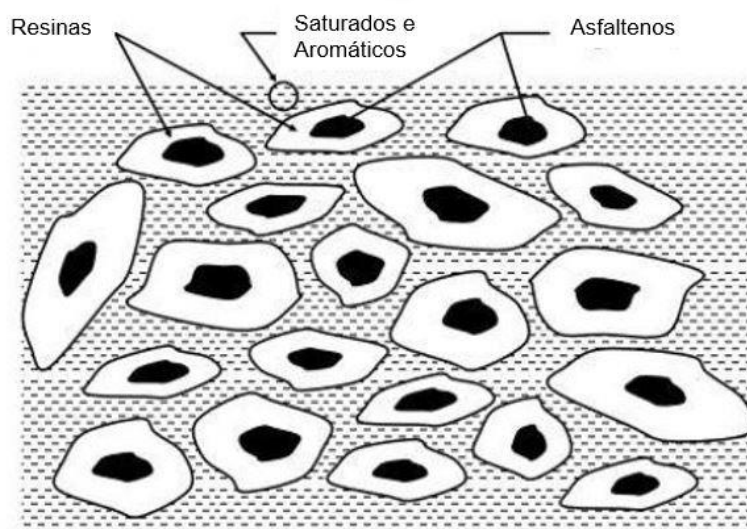


Figura 2.1 - Esquema dos componentes do betume (Adaptado de Moraes 2014).

As principais conclusões quanto à reologia do betume resultam na divisão da composição química do mesmo nestes quatro grupos, designados por fração SARA (Saturados, Aromáticos, Resinas e Asfaltenos) (Figura 2.2). As principais características desses quatro grupos ou frações do betume são as seguintes:

- Os asfaltenos são sólidos amorfos castanhos ou pretos, contendo carbono e hidrogénio para além de pequenas proporções de nitrogénio, enxofre e oxigénio, constituindo de 5 a 25% em massa volúmica do betume. São considerados materiais aromáticos altamente polares e complexos com massa molecular bastante elevada. O teor em asfaltenos tem uma grande

influência nas características reológicas do betume, uma vez que o seu aumento conduz a um betume mais duro e com menor valor de penetração, com um ponto de amolecimento mais elevado e, consequentemente, com maior viscosidade.

- As resinas contêm carbono e hidrogénio e pequenas quantidades de nitrogénio, enxofre ou oxigénio. São sólidas ou semi-sólidas, castanhas escuras e muito polares, o que as torna extremamente adesivas.
- Os aromáticos têm menor massa molecular e constituem cerca de 40 a 65% em massa volúmica do betume e são líquidos viscosos castanhos-escuros.
- Os saturados são óleos não polares de cor clara. A sua massa molecular é semelhante à dos aromáticos e esta fração corresponde a um valor entre 5 a 20% em massa volúmica do betume (Ribeiro 2005 citando Read and Witheoak 2003 ).

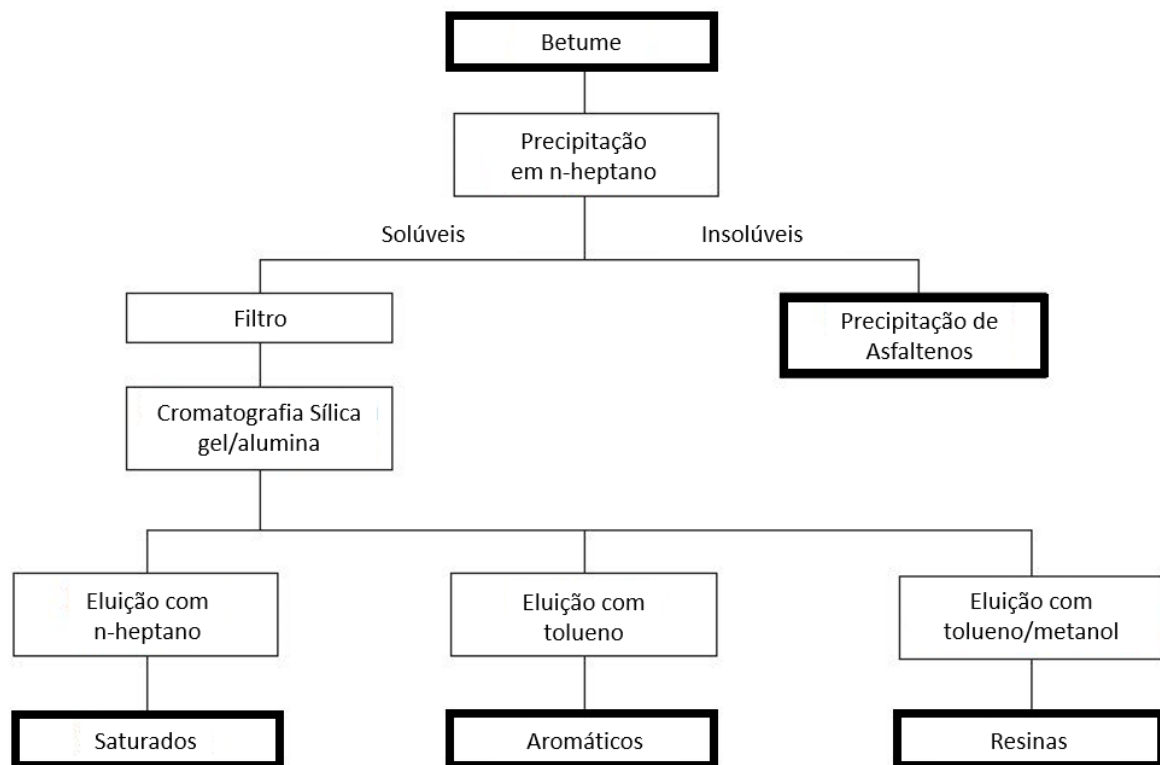


Figura 2.2 - Representação esquemática do fracionamento SARA do betume (Adaptado de Read & Whiteoak, 2003).

## 2.1.2 Mastique

O betume em conjunto com a fração mais fina dos agregados (material passado no peneiro #200) forma o mastique betuminoso, que aglutina as partículas da fração grossa dos agregados e preenche os vazios no seu esqueleto mineral (Figura 2.3), resultando numa mistura coesa (Cindy et al., 2018).

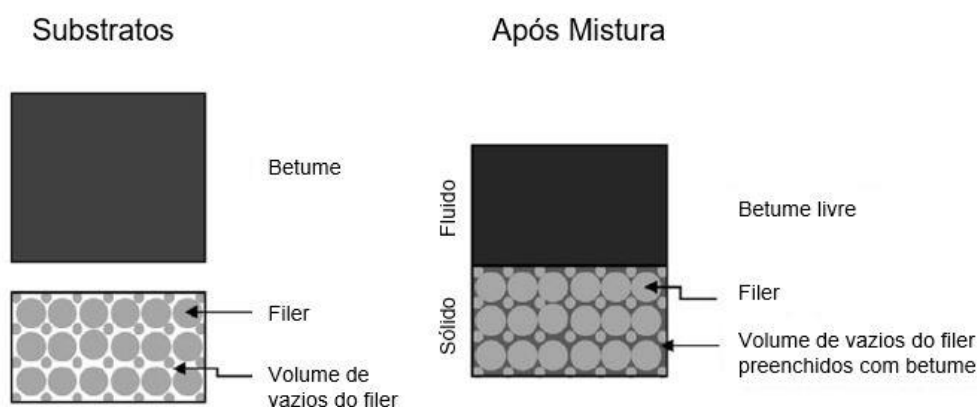


Figura 2.3 - Representação da distribuição do betume e filer num mastique (Adaptado de Makowska and Pellinen 2015).

A adição de fileres é provavelmente o método mais antigo de modificação de mastiques, usado com o objetivo de melhorar a rigidez e viscosidade do mesmo (Asphalt Institute, 2015).

Nos dias de hoje, é aceite que as propriedades do mastique betuminoso são mais importantes do que as propriedades do betume, no que diz respeito às características finais das misturas betuminosas, nomeadamente ao nível do seu desempenho e durabilidade (Teixeira 2015 citando Kandal 1998).

As partículas de filer ao entrarem em contacto com o betume, como este se encontra num estado pouco viscoso, vão absorver e adsorver parte do betume. Para pequenas concentrações de betume, o comportamento do mastique será regulado especialmente pela viscosidade intrínseca do filer e para elevadas dosagens de betume o comportamento será ditado especialmente pela viscosidade do próprio betume (Teixeira, 2015).

Desde muito cedo é consensual que o endurecimento da mistura betuminosa ocorre devido ao endurecimento do mastique. Ou seja, as propriedades dos betumes e dos fileres são importantes para compreender este fenómeno. Contudo, devido às limitações dos laboratórios no passado para caracterização química dos fileres fez com que os mesmos fossem tidos como quimicamente inertes (Makowska & Pellinen, 2015).

Ridgen defende que apenas a quantidade de material que atravessa o peneiro #200, utilizado anteriormente como parâmetro, é insuficiente para escrever as propriedades do filer. Investigou as propriedades primárias do filer incluindo a densidade das partículas, a forma, a textura da superfície, a granulometria e a superfície de área mas também propriedades secundárias tais como a densidade aparente, o teor de vazios, a permeabilidade e a distribuição do diâmetro dos poros (Makowska and Pellinen 2015 a citando Ridgen).

O filer é responsável pela compacidade e impermeabilidade da mistura betuminosa. Além disso, as características físicas e químicas do filer influenciam o comportamento da mistura betuminosa.

O comportamento do masticue depende da proporção filer/betume, havendo uma proporção “ótima” para a qual o masticue, e por inerência a mistura betuminosa, maximizam o seu desempenho. O comportamento do masticue também depende das características do filer e do betume, e a forma como estes se conseguem interligar constitui um elemento fundamental para um adequado comportamento das misturas betuminosas (Ribeiro, 2005).

Numa mistura betuminosa o masticue é responsável pelo envolvimento dos agregados, garantindo coesão à mesma enquanto esta apresenta baixa viscosidade e assegurando o preenchimento dos vazios deixados pelo esqueleto mineral da mistura betuminosa compactada (Teixeira, 2015).

O filer é importante devido à sua relativa elevada área de superfície, permitindo melhorar propriedades na mistura betuminosa tais como a sua coesão, plasticidade, quantidade de vazios (preenche-os, aumentando assim a compacidade da mesma) e a resistência não só à ação da água como também às condições climáticas (Liao 2007 citando Tunnicliff 1962).

É importante que haja compatibilidade entre o filer e o betume para que ambos consigam cobrir corretamente o agregado. Em termos de interações físico-químicas entre o betume e superfícies minerais, as propriedades das frações mais finas devem ser fortalecidas visto que as mesmas estão embebidas no betume e são capazes de cobrir uma maior área.

Acredita-se assim que o filer tem um efeito retardante no envelhecimento do betume estando no entanto dependente da constituição mineralógica do mesmo (WU & Airey, 2011).

## **2.2 Envelhecimento**

### **2.2.1 Mecanismo de envelhecimento**

As propriedades dos ligantes betuminosos variam durante o fabrico da mistura betuminosa, compactação e tempo sob serviço, sofrendo oxidação devido ao ar com o qual estão em contacto (Dondi et al., 2016).

O envelhecimento da mistura betuminosa é causado por alterações químicas e/ou físicas que ocorrem aquando das operações de produção, pavimentação e durante o período de vida útil da mesma, sendo este fenómeno mais violento durante a primeira fase, devido às elevadas temperaturas e maior exposição ao ar. O processo é geralmente associado ao endurecimento do betume que posteriormente conduz à deterioração da mistura betuminosa (Airey, 2003).

Sabe-se que a durabilidade do pavimento é condicionada pelas propriedades físicas do betume que por sua vez são condicionadas diretamente pelas propriedades químicas do mesmo (Petersen, 1984).

O processo de envelhecimento que afeta as misturas betuminosas é altamente dependente da composição química dos betumes que, por sua vez, depende da natureza do crude a partir do qual é produzido (Read & Whiteoak, 2003).

Como referido anteriormente, é consensual que o processo de envelhecimento ocorre em duas situações distintas: o envelhecimento a curto prazo causado pelo processo de construção (mistura, aplicação e compactação) e o envelhecimento a longo prazo que ocorre durante o tempo de vida útil do pavimento, como se pode observar na Figura 2.4, através do índice de envelhecimento (rácio entre a viscosidade da fase de recuperação do betume,  $\eta_r$ , e a viscosidade do betume original,  $\eta_o$ ). Durante o primeiro, ocorre um envelhecimento substancial devido ao facto de o betume ser submetido a elevadas temperaturas durante o processo de mistura. Nesta fase, ocorrem processos de oxidação e volatilização. Durante o segundo apenas ocorre um processo de oxidação (Roberts, Kendhal, Brown, Lee, & Kennedy, 1996).

Por oxidação entende-se a reação do oxigénio com os compostos do betume e depende da natureza e estrutura química dos mesmos e da temperatura. Ocorre quando os compostos altamente reativos reagem com o oxigénio presente na atmosfera resultando na formação de compostos oxigenados tais como cetonas, ácidos carboxílicos, anidridos e sulfóxidos. É a principal causa do endurecimento irreversível do betume (Petersen, 1984).

A volatilização, por outro lado, diz respeito à evaporação das frações mais leves do betume e depende da temperatura, ocorrendo sobretudo a temperaturas superiores às de ebulição dos mesmos (aproximadamente 150 °C) (Roberts et al., 1996).

Numa mistura betuminosa, os asfaltenos envolvidos pelas resinas acabam por se “fixar” mais junto à superfície do agregado ficando os maltenos, mais concretamente a fração mais aromática, mais afastada e, portanto, mais perto da periferia da película de betume. Como esta fração é mais volátil, o processo de envelhecimento do betume torna-se mais fácil, observando-se assim o endurecimento e fragilidade do betume residual, devido a uma maior concentração dos asfaltenos (Teixeira, 2015).

O envelhecimento do betume, ao longo do tempo, corresponde a um aumento da quantidade de asfaltenos (Figura 2.4). Resulta também na mudança da sua composição, causada principalmente pela oxidação atmosférica de certos componentes do betume que formam moléculas mais polares e interativas que influenciam a polaridade do betume, a resistência das associações das moléculas polares e a capacidade de dispersão dos componentes não associados no meio solvente. O envelhecimento do betume resulta num aumento da sua viscosidade e polaridade. Relativamente à viscosidade, significa simultaneamente um aumento do módulo de rigidez e uma diminuição da flexibilidade do ligante betuminoso (Ribeiro, 2005).

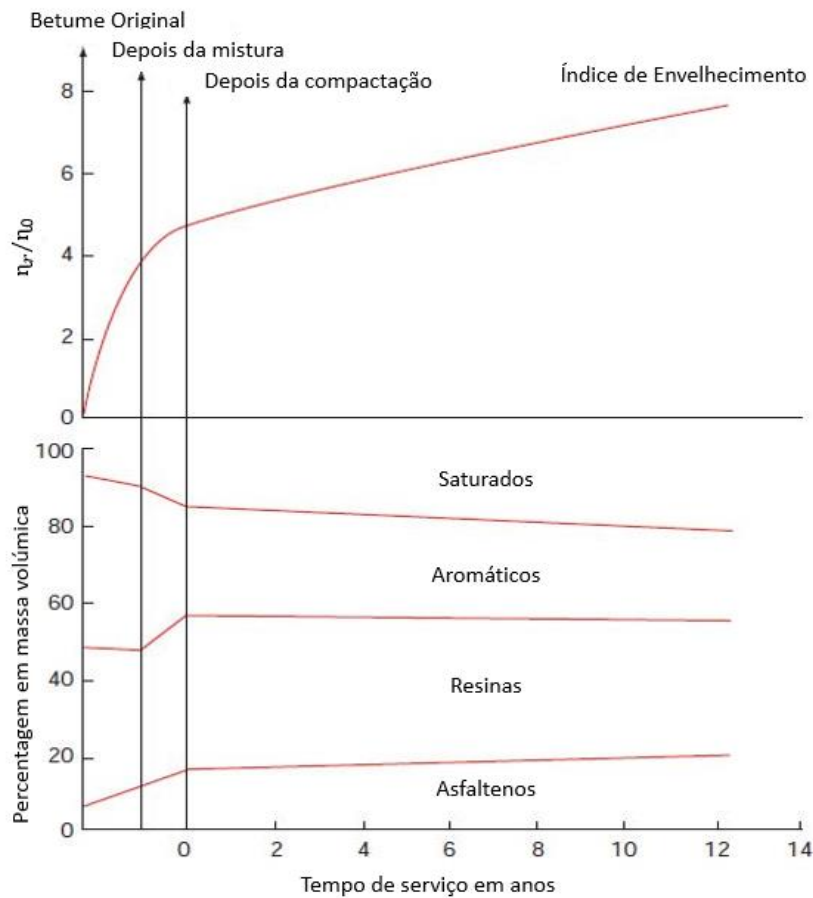


Figura 2.4 - Alteração da composição do betume durante a mistura e aplicação e ao longo do período de vida útil (Task & Finn, 1990).

Além disso, outros parâmetros associados ao envelhecimento de longo prazo (Tabela 2.2) inerentes à mistura (volume de vazios, espessura da camada, tipo de agregado, etc) bem como as condições atmosféricas (temperatura, radiação solar, etc) têm uma importante influência no processo de envelhecimento (Tauste, Moreno-Navarro, Sol-Sánchez, & Rubio-Gámez, 2018).

O betume sofre dois tipos de envelhecimento: físico causado pela temperatura e oxidativo causado pelo oxigênio presente no ar. O envelhecimento oxidativo é irreversível no que à rigidez do betume diz respeito (Moraes, 2014).

A oxidação do betume modifica a relação penetração-temperatura de amolecimento, diminuindo a suscetibilidade do mesmo à temperatura, resultando num aumento do valor da penetração com agulha (Asphalt Institute, 2015).



Tabela 2.2 - Mecanismos do envelhecimento do betume (Read & Whiteoak, 2003).

Fatores que influenciam o envelhecimento do betume	Influenciado por:					Local de Ocorrência:	
	Tempo	Calor	Oxigénio	Luz Solar	Raios Gama e Beta	Na superfície	Na mistura
Oxidação (no escuro)	x	x	x			x	
Foto-oxidação (luz direta)	x	x	x	x		x	
Volatilização	x	x				x	x
Foto-oxidação (luz refletida)	x	x	x	x		x	
Foto-química (luz direta)	x	x		x		x	
Foto-química (luz refletida)	x	x		x		x	x
Polimerização	x	x				x	x
Estérico ou Físico	x	x				x	x
Exsudação dos Óleos	x	x				x	
Alterações através da Energia Nuclear	x	x			x	x	x
Ação da Água	x	x	x	x		x	
Absorção pelo Sólido	x	x				x	x
Absorção dos Componentes numa Superfície Sólida	x	x				x	
Reações Químicas	x	x				x	x
Deteorização Microbiológica	x	x	x			x	x

## 2.2.2 Forma de simular o envelhecimento

É de todo necessário que existam ensaios experimentais que quantifiquem a resistência dos ligantes betuminosos ao endurecimento causado pelo processo de envelhecimento.

O Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT), realizado de acordo com a EN 12607-1 (CEN, 2014) simula o envelhecimento do ligante betuminoso durante a produção da mistura betuminosa e construção do pavimento. Este método foi selecionado devido aos seguintes fatores:

- Expõe continuamente o ligante betuminoso virgem ao calor e circulação do ar devido à sua constante movimentação;
- No caso de ligantes betuminosos como mastiques essa rotação permite que as partículas continuem dispersas;
- Impossibilita a formação de uma película à superfície que eventualmente poderia comprometer o processo de envelhecimento, devido ao facto de a mistura estar constantemente em movimento (Roberts et al., 1996).

Mais concretamente, 8 cilindros de vidro são preenchidos individualmente com 35 g de betume que são posteriormente fixos numa plataforma giratória vertical. Esta rotação aliada a uma temperatura de 163°C durante um período de 75 minutos permite ao betume fluir na face dos cilindros sob a forma de uma fina película. Simultaneamente jatos de ar quente são periodicamente injetados para o interior de cada cilindro.

Assim, este método garante o envelhecimento homogéneo do ligante betuminoso, bastante similar ao que é obtido durante o processo de mistura (Read & Whiteoak, 2003).

O Pressure Ageing Vessel (PAV), realizado de acordo com a EN 14769:2012 (CEN, 2012), tem sido utilizado durante muitos anos para envelhecer ligantes betuminosos, desenvolvido pelo Dr. D. Y. Lee na Universidade Estatal de Iowa.

Tem como principal objetivo simular o envelhecimento a que a mistura é sujeita num período de serviço de entre 5 a 10 anos, apresentando as seguintes vantagens:

- Perda limitada de elementos voláteis;
- O processo oxidativo é acelerado sem recorrer a temperaturas tão elevadas;
- Quantidades consideráveis de material podem ser envelhecidas para serem posteriormente caracterizadas;
- É considerado um ensaio prático para ser realizado em ambiente laboratorial.

Assim, combinam-se os efeitos do RTFOT com o PAV para simular os dois tipos de envelhecimentos a que uma mistura está sujeita durante o momento em que é produzida e aplicada até ao momento em que o seu período de vida útil chega ao final (Roberts et al., 1996).

Para isso, o betume depois de submetido ao processo de envelhecimento de curto prazo (RTFOT) é sujeito a uma pressão de 2,1 MPa e temperatura compreendida entre 85 e 110 °C durante um período de 20 horas. Por forma a facilitar o processo de envelhecimento, 50 g de betume são colocadas em pratos metálicos de aproximadamente 140 mm de diâmetro produzindo assim uma fina espessura de aproximadamente 3,2 mm (Teixeira, 2015).

Contudo, citando Miglori and Corte, foi investigada a possibilidade de simular o método RTFOT (envelhecimento a curto prazo) e RFTOT juntamente com o PAV (envelhecimento a longo prazo) recorrendo apenas ao PAV. Foi concluído que, para que tal fosse equivalente, 5 horas no PAV a 100°C e 2,07 MPa seria equivalente ao envelhecimento simulado no RTFOT e que 25 horas no PAV à mesma pressão e temperatura correspondia ao envelhecimento simulado no RTFOT juntamente com o PAV.

## **2.3 Adesão e Coesão do betume/mastique**

### **2.3.1 Geral**

Uma mistura betuminosa é composta maioritariamente por agregado mineral e ligante betuminoso. Os agregados constituem cerca de 90 a 95% em massa e 75 a 85% em volume da mistura (McGennis, Kennedy, & Machemehl, 1984).

A resistência mecânica de uma mistura betuminosa deve-se a três fatores: empacotamento entre as partículas de agregado; atrito entre as partículas e grandeza das forças de adesão que se estabelecem entre o mastique betuminoso e as partículas de agregado grosso, sendo este último fator o mais preponderante, na generalidade dos casos (Teixeira, 2015).

A durabilidade de um pavimento betuminoso é função da quantidade de volumes de ar presente na mistura. Quanto mais baixa for a quantidade de vazios de ar menos permeável será a mesma. Por outro lado, uma elevada quantidade de volume de vazios permite a circulação de ar e água que irão danificar a mesma (Buncher & Anderson, 2014).

De um modo geral, os danos causados pela água podem ser definidos como a separação do ligante betuminoso que cobre os agregados nas misturas betuminosas na presença da mesma juntamente com o efeito das tensões causadas pelo tráfego. Este fenómeno é conhecido como desrevestimento, como se pode verificar na Figura 2.5 (Hicks, 1991).



Figura 2.5 - Evolução do processo de desrevestimento causado pela presença de água (Adaptado de Lottman, R., P., 1970).

A resistência adesiva é comumente avaliada condicionando uma amostra de mistura betuminosa não compactada durante um determinado período em água a temperatura definida, podendo variar da temperatura ambiente a 100°C. Métodos como o da água em ebulição (boiling) ou imersão em água são utilizados para avaliar a resistência adesiva das misturas não compactas. Contudo, nenhum destes métodos quantifica a adesão (Liu et al., 2014).

Os agregados utilizados na construção de autoestradas são maioritariamente obtidos por fornecedores de rochas naturais locais. As rochas naturais são obtidas à superfície ou perto dela sob a forma de grandes maciços ou, enquanto gravilha, podem ser extraídos de depósitos em bacias de sedimentação. Geologicamente são classificadas dependendo da sua origem: ígneas, sedimentares e metamórficas.

- **Rochas ígneas:** principalmente cristalinas e são formadas através do arrefecimento de magma fundido no interior ou na superfície terrestre. São classificadas de acordo com o tamanho dos grãos de cristais e de acordo com a sua basicidade ou acidez. Os cristais são classificados grosseiros se maiores 2 mm ou finos se menores que 0,2 mm.
- **Rochas sedimentares:** formadas ou pela deposição de resíduos insolúveis provenientes de outras rochas já existentes ou pela deposição de restos inorgânicos de animais marinhos. A

sua classificação é realizada em função do mineral predominante (calcárias, siliciosas ou argilosas).

- **Rochas metamórficas:** rochas ígneas ou sedimentares que foram submetidas a calor e/ou pressão suficientes para alterar a estrutura mineral das mesmas. São geralmente de natureza cristalina com grãos desde finos a grosseiros (Roberts et al., 1996).

A Tabela 2.3 sumariza os principais fatores que influenciam a adesão entre o betume e o agregado. Considera-se que cerca de 80% desses fatores são controláveis durante a produção e aplicação da mistura (Read & Whiteoak, 2003).

Tabela 2.3 - Propriedades dos materiais e fatores externos que afetam a ligação entre o betume e o agregado (Read and Whiteoak 2003).

Propriedades do Agregado	Propriedades do Betume	Propriedades da Mistura	Fatores Externos
Mineralogia	Reologia	Presença de Vazios	Pluviosidade
Textura da Superfície	Polaridade Elétrica	Permeabilidade	Humidade
Porosidade	Constituição	Quantidade de Betume	pH da Água
Poeiras		Espessura do Filme de Betume	Presença de Sais
Durabilidade		Tipo de Filer	Temperatura
Área de Superfície		Granulometria do Agregado	Ciclo de Temperatura
Absorção		Tipo de Mistura	Tráfego
Presença de Água			Construção
Forma			Mão de Obra
Condições Atmosféricas			Drenagem

Existem muitas maneiras de reduzir o impacto da água em misturas betuminosas através de dois tipos de abordagens. A primeira inclui soluções que afetam diretamente o melhoramento da adesão entre o ligante betuminoso e a superfície do agregado, de entre as quais se destacam:

- Pré-aquecimento dos agregados

O pré-aquecimento dos agregados revela-se um fator que melhora a adesão ao remover as camadas de água que possam ter sido absorvidas pelo agregado, que podem comprometer a adesão pretendida (Hicks, 1991).

- Utilização de aditivos que combatem o desrevestimento

No passado, muitos agentes adesivos têm sido utilizados para melhorar a resistência das misturas betuminosas ao desrevestimento, sendo que ainda gera alguma controvérsia. Depois da realização da mistura, estes agentes migram para a superfície do agregado, criando assim mais afinidade para atrair o betume do que a água (McGennis, Kennedy, and Machemehl 1984 citando Dybalski 1982).

- Remover sujidade da superfície do agregado

Partículas como argilas e outras poeiras tendem a depositar-se na superfície do agregado, comprometendo assim a adesão entre o mesmo e o ligante betuminoso. Assim, a lavagem do agregado (seguida do respetivo processo de secagem) antes do processo de mistura melhora a ligação entre ambos.

- Evitar agregados suscetíveis à ação da água

Uma solução viável mas dispendiosa passa por evitar a utilização de agregados suscetíveis à ação da água, tais como o calcário. Contudo, se tal não for possível há que proporcionar a máxima qualidade ao processo de produção e transporte da mistura.

A segunda abordagem passa pelas características dos materiais e métodos construtivos de entre os quais se destacam:

- Proporcionar uma drenagem adequada ao pavimento

Um dos métodos mais eficazes para evitar a acumulação de água no pavimento passível de criar fenómenos de desrevestimento é a correta conceção da inclinação transversal no pavimento de modo a drenar a mesma da sua superfície.

- Utilização de várias dimensões de agregados na mistura

Estudos laboratoriais e de campo revelaram o efeito significativo do volume de vazios na sensibilidade da mistura à água. Explicando de uma forma clara, uma maior quantidade de volume de vazios permite que uma maior quantidade de água penetre na mistura e aumente a probabilidade de causar o desrevestimento. Assim, a utilização de várias granulometrias permite que as partículas de menor dimensão ocupem o espaço vazio entre as partículas de maior dimensão, obtendo assim uma maior compactidade na mistura.

- Conceber uma mistura compactável

Misturas bem compactadas com aproximadamente 4 a 5% de volume de vazios provaram oferecer uma resistência considerável ao desrevestimento, mesmo quando o agregado utilizado na mistura é mais propício a esse efeito.

- Utilização de agregados porosos e rugosos

A adesão vai ser proporcionada se o agregado for poroso e possuir uma superfície rugosa. Estas duas características apresentam um efeito substancial na ligação entre os mesmos e o ligante betuminoso. No entanto, a segunda característica é preferida pois, um agregado com elevada porosidade resulta numa maior absorção de betume que, conseqüentemente, resulta numa mistura betuminosa mais dispendiosa (McGennis et al., 1984).

A qualidade de adesão entre o agregado e o betume em condições secas e molhadas apresentam um papel importante na sensibilidade da mistura betuminosa na presença de humidade (Bhasin, 2006).

As propriedades do betume desempenham um papel importante na sensibilidade à humidade por parte dos pavimentos betuminosos. Um cobrimento total do agregado por parte do ligante durante o processo de mistura é fundamental e é influenciado pela viscosidade do mesmo que, por sua vez, é controlado pela temperatura a que a mistura é realizada (Ahmad, 2011).

Contudo, existe uma grande variedade de produtos para aumentar a resistência das misturas à água. Esses produtos, incluindo a utilização de fileres, apresentam uma grande influencia na ligação entre o betume e o agregado. A primeira razão está no facto de o filer preencher os vazios presentes na mistura betuminosa, impedindo a entrada de água na mesma. A segunda razão baseia-se no facto de alguns fileres terem maior afinidade química com o betume do que com o agregado (Pasandín & Pérez, 2015).

### **2.3.2 Mecanismo de perda de adesão/coesão**

Existem dois mecanismos de falha relacionados com o desrevestimento: a falha adesiva e a falha coesiva (Kiggundu & Roberts, 1988).

A falha adesiva é caracterizada pela perda de ligação do betume com o agregado devido à presença de água, que penetra entre o filme de betume e a superfície do agregado enfraquecendo a ligação entre ambos conduzindo assim ao desrevestimento (Hicks, 1991).

Por outro lado, a falha coesiva acontece devido ao amolecimento das ligações coesivas do próprio betume na presença de água. Neste caso, a água pode emulsionar o betume comprometendo assim a ligação molecular interna do mesmo podendo mesmo causar uma falha adesiva se este fenómeno ocorrer na superfície do agregado. Sendo assim, o desrevestimento causado pela presença de água pode ser entendida como a combinação destes dois mecanismos (Taylor & Khosla, 1954).

O desrevestimento apresenta como principais sintomas fraturas, deformações e desintegração no que à mistura betuminosa diz respeito. Fatores como a forma, textura, angulosidade, porosidade, área de

superfície, limpeza, composição mineralógica, adsorção de água ou energia de superfície afetam a ligação entre ambos.

Mais concretamente, esta perda de adesão resulta na separação física entre o agregado e o betume principalmente devido à presença de água ou vapor de água. O desrevestimento acentua-se com a presença de poeiras na superfície do agregado é tanto maior quanto mais macia for a sua superfície (McGennis et al., 1984).

As moléculas polares do betume fazem com que apresentem afinidade para com os agregados, acrescentando o facto de ser adesivo e impermeável (Asphalt Institute, 2015).

Betumes de elevada viscosidade apresentam maior concentração de componentes polares, originando um melhor contacto entre o betume e o agregado, concluindo-se assim que este tipo de betumes apresentam maior resistência ao desrevestimento em presença de água do que betumes menos viscosos (Moraes, Velasquez, & Bahia, 2010).

A natureza ácida dos constituintes do betume promovem a adesão a agregados que apresentam propriedades básicas tal como o calcário. O carbonato de cálcio presente no calcário reage com os ácidos carboxílicos presentes no betume, formando assim uma forte ligação. Por outro lado, os agregados silícios também apresentam natureza ácida, pelo que não é formada nenhuma ligação química entre o mesmo e o betume. A água, sendo de natureza polar, pode substituir facilmente o betume da superfície do agregado (Ahmad, 2011).

O aumento da polaridade do betume (resultante do efeito do envelhecimento) origina uma melhor ligação entre o betume e os agregados, com o consequente aumento da resistência de ligação agregado-mastique das misturas betuminosas. No entanto, na presença de água, o aumento da polaridade do betume também aumenta a perda de ligação agregado-mastique, porque as moléculas mais polares do betume têm uma maior aptidão para se ligarem à água, deslocando-se com facilidade dos agregados (Ribeiro, 2005).

A água ao apresentar maior afinidade ao agregado que o betume consegue facilmente descolar o betume da superfície do agregado e colocar-se na interface dos dois materiais.

Assim, por forma a aumentar a vida de uma mistura betuminosa, devem ser consideradas opções como a utilização de produtos promotores de adesão, uso de betumes modificados ou de determinados tipos de fileres ou evitar a ocorrência de água na interface dos dois materiais.

Quando se dá o desprendimento das partículas de uma mistura betuminosa, a rotura pode ocorrer em três zonas distintas, como se pode observar na Figura 2.6.

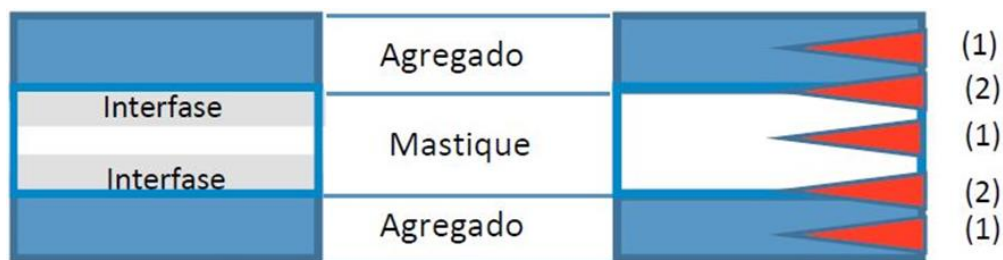


Figura 2.6 - Roturas coesiva (1) e adesiva (2)(Teixeira, 2015).

Existem três mecanismos através dos quais a água degrada as misturas betuminosas(Teixeira, 2015):

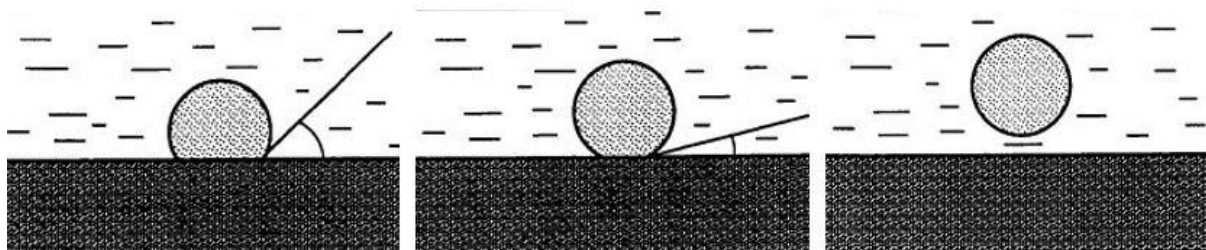
- **diminuição da coesão do betume.** Este fenómeno acontece quando a água reage com o betume, emulsionando-o, resultando assim uma diminuição das características do betume;
- **perda de adesão entre o agregado e o betume.** A Água, porque possui maior afinidade ao agregado que o betume, quando atinge a interface entre o agregado e o mastique, provoca o descolamento do mastique da superfície do agregado;
- **alteração do agregado.** Quando no fabrico da mistura betuminosa são usados agregados, que acrescentam elevada alterabilidade em presença de água, verificando-se a diminuição das suas propriedades mecânicas, aspeto que pode conduzir à rotura coesiva no agregado.

## 2.4 Tensão superficial

### 2.4.1 Geral

Energia livre de superfície de ligantes betuminosos e agregados é uma propriedade importante dos materiais que influencia o desempenho das misturas betuminosas. Princípios de termodinâmica podem ser utilizados para quantificar a propensão dos ligantes betuminosos em desrevestirem a superfície dos agregados na presença de água (Figura 2.7) tendo como base a energia de superfície dos seus intervenientes, que muito provavelmente está diretamente relacionado com a sensibilidade das mesmas à ação da água. Ou seja, a adesão entre o agregado e o ligante betuminoso pode ser quantificada se forem conhecidas as energias livres de superfície de ambos os materiais.





a) O momento em que o agregado, com a gota de betume, é imerso em água. O ângulo de contacto é inferior a  $90^\circ$ .

b) A água começa a remover a gota de betume da superfície do agregado e o ângulo de contacto diminui.

b) Finalmente, o ângulo de contacto atinge o valor de  $0^\circ$  e o betume deixa de estar em contacto com o agregado.

Figura 2.7 - Relação entre o ângulo de contacto entre o betume e o agregado no processo de desrevestimento (Adaptado de Hicks, 1991).

As moléculas no interior de um material estão rodeadas por todos os lados por outras moléculas ao contrário das que estão à superfície, tendo por isso maiores níveis de energia de ligação (Figura 2.8). Assim sendo, tem que ser realizado trabalho sobre as mesmas para as extrair do interior do material dando origem a uma nova área de superfície de moléculas. Esse trabalho corresponde à energia de superfície livre de um material, cuja principal unidade de medição é  $\text{ergs/cm}^2$ .

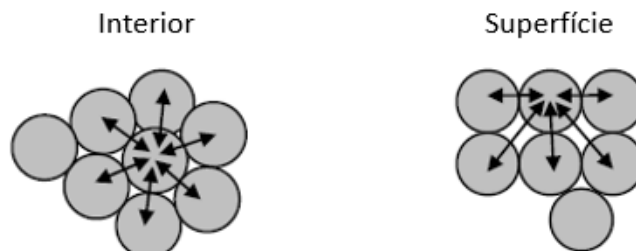


Figura 2.8 – Energia de superfície livre de moléculas interiores e superficiais (Adaptado de Bhasin & Little, 2008).

Diversas teorias surgem na tentativa de explicar a origem da energia de superfície livre dos sólidos. As duas mais populares são a teoria dos dois componentes e a teoria ácido-base. A primeira foi introduzida por Fowkes, defendendo a ideia de que a energia de superfície livre total se deve a dois componentes: forças dispersivas e forças relativas a interações específicas como as ligações de hidrogénio. Propôs ainda que a energia de superfície livre pode ser obtida através da soma destas duas componentes. A segunda defende que a energia de superfície livre total de qualquer material se divide em três componentes: não polares também designados por LW (Lifshitz-van der Waals) ou componentes dispersivos e as componentes ácida e base de Lewis, cuja quantificação pode ser obtida através da expressão 2.1.

$$\gamma = \gamma^{LW} + 2\sqrt{\gamma^+\gamma^-} \quad (2.1)$$

Em que  $\gamma$  é a energia de superfície livre total do material,  $\gamma^{LW}$  é a componente de LW ou dispersiva,  $\gamma^+$  é a componente ácida e  $\gamma^-$  é a componente básica.

Neste estudo foi aplicada a teoria de ácido-base devido à sua maior simplicidade relativamente à primeira.

Considere-se um sistema com três componentes: betume (B), agregado (A) e água (W) como se pode observar na Figura 2.9. O desrevestimento ocorre quando a água desloca o betume da interface entre o mesmo e o agregado. Primeiramente, parte da interface entre o betume e o agregado (AB) é eliminada. Simultaneamente são formadas duas novas interfaces: entre a água e o betume (BW) e entre a água e o agregado (AW).

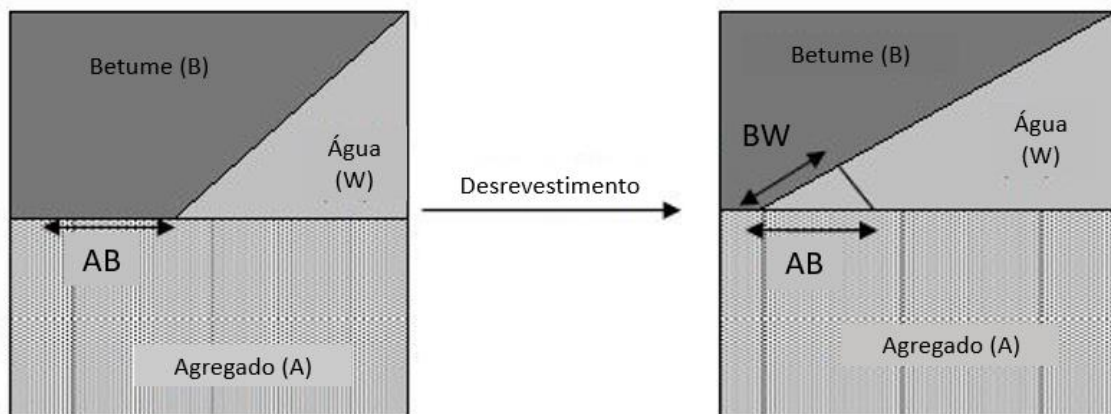


Figura 2.9 - Deslocamento do betume na interface entre o betume e o agregado (Adaptado de Bhasin, 2006).

De acordo com a teoria anteriormente referida, o trabalho de adesão entre o material A e B,  $W_{AB}$ , representa o trabalho exterior que é necessário exercer na interface de dois materiais para os separar, podendo ser expressa como função das respectivas energias de superfície livre, de acordo com a expressão 2.2.

$$W_{AB} = 2\sqrt{\gamma_A^{LW}\gamma_B^{LW}} + 2\sqrt{\gamma_A^+\gamma_B^-} + 2\sqrt{\gamma_A^-\gamma_B^+} \quad (2.2)$$

Sabe-se também que para condições secas, a relação entre o trabalho de adesão entre dois materiais, a energia total dos dois materiais e as suas energias interfaciais é dada pela expressão 2.3.

$$W_{AB} = \gamma_A + \gamma_B - \gamma_{AB} \quad (2.3)$$

Para condições molhadas, a energia associada à remoção do ligante betuminoso da superfície do agregado por ação da água causando assim o desrevestimento, é referido como trabalho de desrevestimento, podendo ser obtido através da equação 2.4.

$$W_{ABW}^{wet} = \gamma_{AW} + \gamma_{BW} - \gamma_{AB} \quad (2.4)$$

De maneira análoga, o trabalho necessário a exercer para quebrar as ligações coesivas de um material A pode ser obtida através da expressão 2.5.

$$W_{AA} = 2\gamma_A \quad (2.5)$$

De maneira a utilizar a medição da superfície de energia para selecionar materiais com melhores performances, é imprescindível que se estabeleçam ensaios experimentais simples, precisos e viáveis para quantificar a energia de superfície de ligantes betuminosos, atingindo assim objetivos conclusivos. Recomenda-se a adoção do método da placa de Wilhelmy para quantificar a energia de superfície de ligantes betuminosos (Curtis, 1992).

Esta análise demonstra ainda que se uma mistura betuminosa é sensível ao efeito da água, não implica necessariamente que o agregado ou o ligante betuminoso se irá comportar negativamente quando combinado com um outro ligante ou agregado, respetivamente (Bhasin & Little, 2008).

## 2.4.2 Método de Wilhelmy

A energia de superfície livre do ligante betuminoso, agregado e água são as variáveis para avaliar o trabalho da adesão e do desrevestimento entre o ligante betuminoso e o agregado. A energia de superfície livre do ligante betuminoso pode ser determinado medindo o ângulo de contacto do mesmo com diferentes líquidos de referência cuja energia de superfície livre são conhecidos.

O método de Wilhelmy é simples e eficiente para medir o ângulo de contato entre o ligante betuminoso e os já referidos fluidos de referência.

Em 1863, Wilhelmy propôs a medição indireta do ângulo de contacto imergindo uma placa num líquido de referência e derivando o ângulo de contacto da força medida (Adamson & Gast, 1997).

Este ângulo de contacto é dinâmico visto que a placa se movimenta à velocidade de poucos micrómetros por minuto.

Através de simples considerações de forças de equilíbrio, a diferença entre o peso da placa em contacto com o ar e parcialmente imersa num líquido de referência,  $\Delta F$ , permite calcular o ângulo de contacto dinâmico, recorrendo para isso à expressão 2.6:

$$\cos\theta = \frac{\Delta F + V_{im}(\rho_L - \rho_{ar})g}{P_t \gamma_L} \quad (2.6)$$

em que  $P_t$  é o perímetro (função da espessura e largura) da lâmina de vidro coberta com betume/mastique,  $\gamma_L$  é a energia de superfície do líquido,  $\theta$  é o ângulo de contacto dinâmico entre o betume/mastique e o líquido,  $V_{im}$  é o volume imerso no líquido,  $\rho_L$  é a densidade do líquido,  $\rho_{ar}$  é a densidade do ar e  $g$  é o valor local da gravidade.

A Figura 2.10 ilustra o aparelho utilizado para a determinação do ângulo de contacto dinâmico, também chamado tensiómetro. São obtidos dois ângulos de contacto durante o ensaio, o primeiro tem início na fase descendente da placa de vidro até à profundidade máxima atingida e a segunda decorre na fase ascendente, de movimento contrário ao da primeira fase.

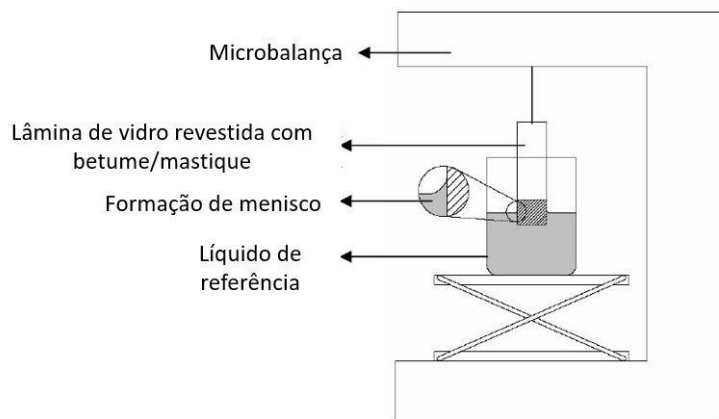


Figura 2.10 - Tensiómetro e elementos necessários para a determinação do ângulo de contacto entre o betume/mastique e líquidos de referência (Adaptado de Bhasin 2006).

Teoricamente, um sólido que não sofre qualquer tipo de alteração em contacto com o líquido de referência deve ter o mesmo valor de ângulo de contacto na fase descendente e ascendente. No entanto, na maioria dos casos verifica-se uma curva do tipo histerese (Figura 2.11) devido a diferentes valores medidos nas duas fases.

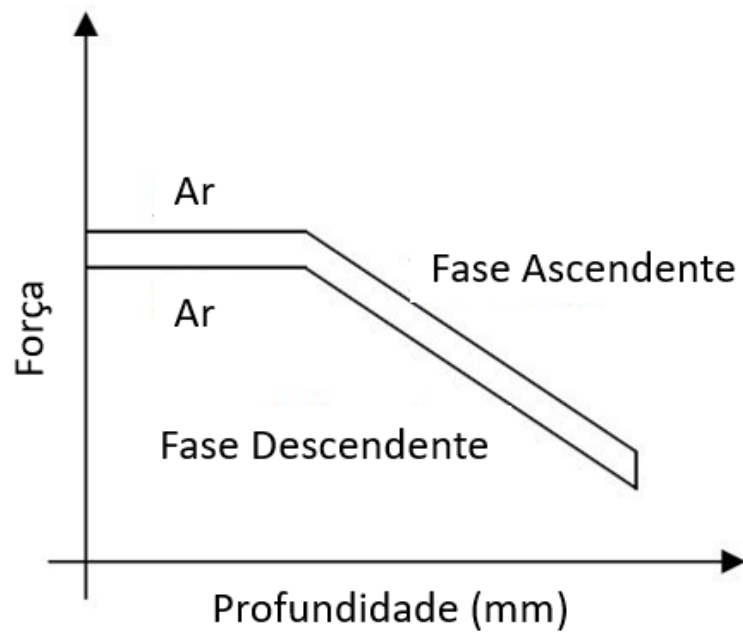


Figura 2.11 - Curva tipo histerese característica do tipo de medições utilizando o tensiómetro (Adaptado de Bhasin 2006).



## 3 Procedimento experimental

### 3.1 Programa Experimental

O programa experimental foi planeado com o objetivo de avaliar a forma como evoluem as propriedades adesivas do ligante betuminoso com o envelhecimento na presença de água, com particular foco para a contribuição do filer nas mesmas.

Um betume inicial foi não só caracterizado no seu estado inicial e envelhecido como também utilizado para a produção de dois mastiques diferentes, através da mistura do mesmo com fileres de calcário e granito. Estes mastiques, tal como o betume, foram também caracterizados no seu estado inicial e envelhecido.

O esquema apresentado na Figura 3.1 serve como simplificação relativamente à metodologia utilizada na elaboração do trabalho desenvolvido.

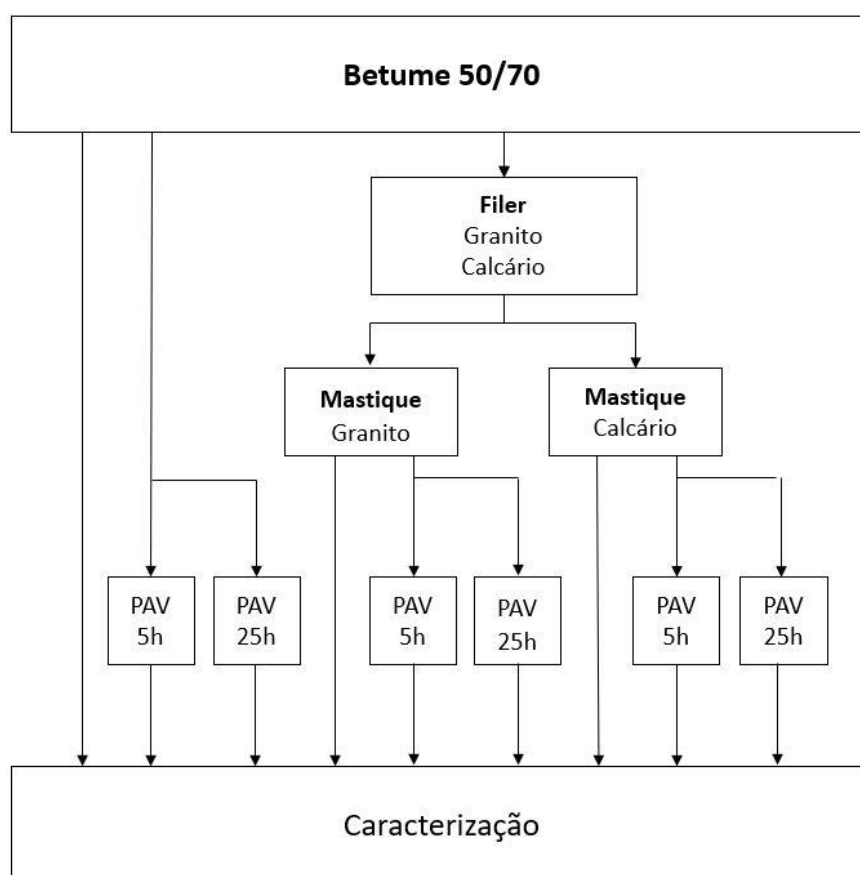


Figura 3.1 - Esquema da metodologia desenvolvida.

A atribuição de abreviaturas surge como uma maneira simples de identificar os ligantes betuminosos no seu estado inicial e após envelhecimento, podendo ser encontradas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Identificação dos ligantes betuminosos baseada em função da formulação e do envelhecimento.

Ligante		Envelhecimento (Horas)		
		0	5	25
Betume		B2 0H	B2 5H	B2 25H
Mastique	Calcário	B2F1 0H	B2F1 5H	B2F1 25H
	Granito	B2F2 0H	B2F2 5H	B2F2 25H

## 3.2 Materiais

### 3.2.1 Betume

O betume utilizado é um betume de pavimentação do tipo 50/70 (NP EN 12591:2011) (CEN, 2011),. Sabe-se ainda que o mesmo apresenta uma massa volúmica de 1039,4 kg/m³.

A quantidade necessária de betume para a realização do trabalho experimental foi obtida através da junção de latas de 1 kg de betume, e preparada de acordo com a norma NP EN 12594:2014 (CEN, 2014) Apesar de o material ser o mesmo, houve o cuidado acrescido de garantir a sua representatividade, assegurado através do seguinte processo de homogeneização.

Um total de 16 latas de betume de 1 kg foi dividido em 4 grupos com 4 latas cada um. Cada grupo de 4 latas foi aquecido a 135°C para fluidificar o betume e logo de seguida vertidas para uma lata de 5 l dando origem a 4 latas de 5 l de volume com 4 kg cada. Para garantir uma maior representatividade, cada lata de 5 l foi novamente aquecida a 135°C e foi vertido 1/4 de betume de cada lata (quantidade em massa) para latas novas de igual volume, dando origem a uma amostra representativa, explicado através da Figura 3.2.

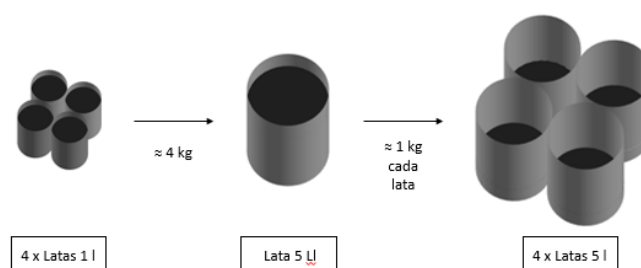


Figura 3.2 - Processo de formação do lote de betume homogeneizado.



Como explicado anteriormente, o processo acima enunciado foi repetido 4 vezes.

Este processo permite que cada vez que haja a necessidade de utilizar betume se recorra a uma das latas com betume homogeneizado para posterior subdivisão em volumes mais reduzidos, sem que a representatividade do mesmo seja comprometida.

### 3.2.2 Filer

Foram utilizados dois tipos diferentes de filer: Calcário e Granito, com identificação interna 86/2017 e 4/2018/1, respetivamente, cujas principais características podem ser consultadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Características dos fileres de calcário e granito.

Filer	Massa volúmica (Mg/m <sup>3</sup> )	Teor de humidade (%)	Superfície específica - Método de Blaine (cm <sup>2</sup> /g)	Malha (mm)		
				2	0,125	0,063
				Granulometria típica (%)		
Calcário	2,71 ± 0,1	<0,5	3680	100	99	83,5
Granito	2,68 ± 0,1	<0,5	4190	100	99	90

Também é de extrema importância que a recolha da quantidade de filer seja representativa relativamente à amostra inicial. No desenvolvimento de um trabalho anterior, houve já um processo que garantiu a representatividade dos mesmos, através de um “Amostrador Jones” que posteriormente permitiu a subdivisão de um lote grande em sacos contendo aproximadamente 1200 g de cada filer.

Contudo, houve ainda a necessidade de subdividir estas amostras principais, devido ao facto de as quantidades de filer pretendidas se situarem na ordem das 450 g, pelo que se recorreu a um novo método com o objetivo de manter a representatividade da amostra adequada a esta quantidade, designado quarteamento, realizando manualmente sucessivas divisões em quartos (Figura 3.3).



Figura 3.3 - Processo de quarteamento do filer de calcário.

Este método, bastante simples e intuitivo, é obtido através de 3 fases: a primeira consiste em verter a quantidade total de filer sobre uma superfície lisa sem irregularidades, que minimize a perda de material, criando um monte cónico; a segunda fase passa por achatar a superfície com o auxílio de uma espátula, por exemplo, de modo a obter um trapézio o mais regular e simétrico possível; a terceira e última fase é feita dividindo o trapézio em 4 partes iguais (quartos de círculo), separando e juntando as partes opostas, obtendo assim duas metades com a mesma quantidade. O esquema ilustrado através da Figura 3.4 permite uma melhor compreensão do método, repetido 3 vezes até obtenção de uma quantidade de 450 g, como referido anteriormente.

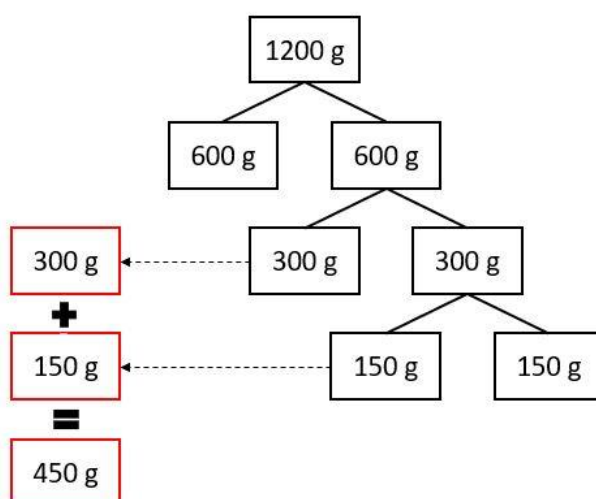


Figura 3.4 - Esquema da quantidade de quarteamentos realizados até obtenção da massa pretendida.

### 3.2.3 Agregados

Os agregados são utilizados para avaliar as propriedades adesivas entre os mesmos e os ligantes betuminosos. Foram selecionados dois tipos de agregados: calcário e granito, cujas informações facultadas pelo fornecedor podem ser consultadas na Tabela 3.3

Tabela 3.3 - Propriedades dos agregados de calcário e granito.

Calcário - Pedreira de Loures	Massa volúmica (kg/m <sup>3</sup> )		Absorção de água (%)
	Saturada	Seca	
Brita intermédia (9,5 - 12,0 mm)	2664	2630	1,298

Granito - Pedreira de Gouvães	Massa volúmica (kg/m <sup>3</sup> )		Absorção de água (%)
	Saturada	Seca	
Brita intermédia (8,0 - 16,0 mm)	2639	2620	0,736

Os agregados foram peneirados (Figura 3.5) de maneira a obter a granulometria que atravessa o peneiro 11,2 mm (superior) e fica retido no peneiro 8 mm (inferior), pertencentes à série de peneiros 1.



Figura 3.5 - Peneiração do agregado de calcário.

Constatou-se que o granito se encontrava com uma granulometria superior à pretendida, pelo que houve a necessidade de britar o mesmo para obter a granulometria o mais próximo da desejada, recorrendo por isso a um britador como se pode observar na Figura 3.6. O calcário encontrava-se dentro da granulometria pretendida pelo que não houve necessidade de recorrer a britagem.

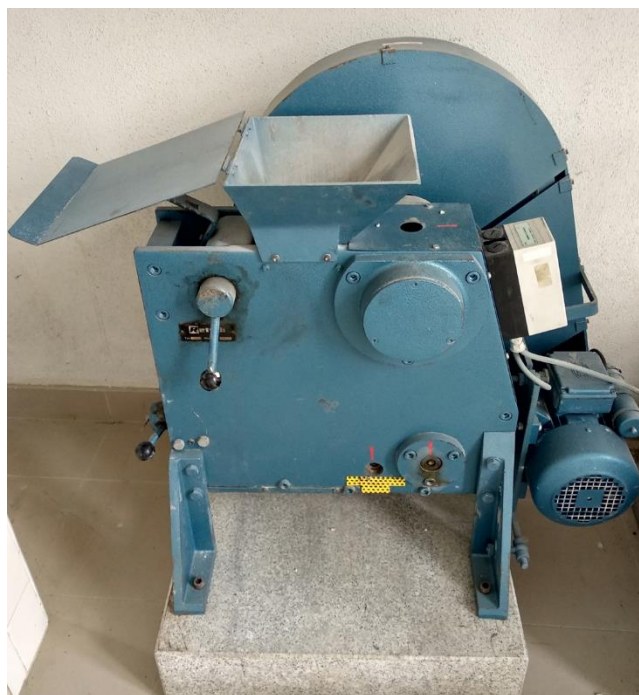


Figura 3.6 - Britador utilizado para britar o agregado de granito.

Foram recolhidos aproximadamente 20 kg de cada agregado que, ainda sujos com poeira, passaram por um processo de lavagem e secagem. Pequenas quantidades de agregado foram colocadas dentro de um cesto metálico que por sua vez foi abundantemente agitado e mexido dentro de um balde de água, ação suficiente para lavar os mesmos. Posteriormente, foram dispostos em tabuleiros metálicos (Figura 3.7) e colocados na estufa a 110 °C durante 24 para permitir a evaporação de água consequente do processo de lavagem. Os agregados foram então colocados em sacos de plástico e armazenados para mais tarde serem utilizados.



Figura 3.7 - Agregados de granito e calcário depois de lavados e secos.

### 3.2.4 Bases de Pedra

As bases de pedra são utilizadas para o ensaio de aderência por tração (Pull-Off) a fim de determinar as capacidades de adesão e coesão entre o ligante betuminoso e o agregado. Foram tidos em conta diversos fatores na conceção destes elementos tais como o material, a sua geometria, porosidade, capacidade de absorção de água, etc. É ainda importante realçar que as bases de pedra não sofreram qualquer tipo de acabamento adicional, sendo o mesmo resultado do processo de corte com serra metálica, aproximando-se bastante de um acabamento polido, fator a ter em consideração aquando da análise dos resultados experimentais obtidos. Relativamente à sua geometria, foi tida como prioridade a otimização do processo, com o objetivo de minimizar os desperdícios associados ao método experimental a realizar com as mesmas. Assim, foram obtidas faixas de 20 cm de comprimento e 5 cm de largura e espessura suficiente para garantir resistência mecânica considerável à mesma, adotando para esse efeito 1 cm. Foram assim obtidas 8 bases de granito e 8 bases de calcário.

Devido ao facto de as bases estarem sujas com poeiras resultantes do processo de corte, foram lavadas abundantemente em água e posteriormente colocadas em estufa a 120°C durante 3 e 17 horas, com determinações de massa entre cada secagem até ser atingido valor constante, momento em que se considera que as bases não têm presença de água em nível significativo.

### 3.3 Métodos experimentais

#### 3.3.1 Fabrico do mastique

Esta mistura consiste em adicionar quantidades pré-estabelecidas de filer ao betume, ambos obtidos através de processos em que a representatividade não é comprometida, obtendo assim uma mistura também ela representativa.

Foram realizadas 2 formulações diferentes para posteriormente serem caracterizadas: mastique de calcário (B2F1) e mastique de granito (B2F2).

A concentração volumétrica de filer ( $\frac{v_f}{v_f+v_b}$ ) foi fixada em 30%. Considerando a equação 3.1 é possível determinar a relação em volume entre o filer e o betume ( $\frac{v_f}{v_b}$ ).

$$\frac{v_f}{v_f + v_b} = \frac{\frac{v_f}{v_b}}{1 + \frac{v_f}{v_b}} = 30\% \quad (3.1)$$

Conhecendo as massas volúmicas do filer ( $\rho_f$ ) e do betume ( $\rho_b$ ) e tendo determinado anteriormente a relação em volume entre o filer e o betume é possível determinar a relação em massa entre ambos ( $\frac{m_f}{m_b}$ ), recorrendo à equação 3.2 para tal.

$$\frac{v_f}{v_b} = \frac{m_f}{m_b} \times \frac{\rho_f}{\rho_b} \quad (3.2)$$

Depois de determinada a relação entre o filer e o betume em massa é possível determinar a relação em massa entre o filer e o mastique ( $\frac{m_f}{m_f+m_b}$ ). Tendo sido preparadas latas de betume com aproximadamente 400 gramas, foi determinada a massa de filer a adicionar de modo a obter um lote de mastique com 30% em concentração volumétrica, recorrendo para isso à equação 3.3.

$$\frac{m_f}{m_f + m_b} = \frac{\frac{m_f}{m_b}}{1 + \frac{m_f}{m_b}} \quad (3.3)$$

Depois de obtidas as quantidades pretendidas, os fileres (cerca de 450 g de calcário e 425 g de granito), que se encontram expostos à humidade atmosférica, são divididos e colocados em 4 recipientes metálicos, passando depois por um processo de secagem para que a humidade seja removida por completo. Este processo é realizado recorrendo a ciclos de 3 e 17 horas, sem importância na ordem, de permanência na estufa a 150°C com medições e registo de variação de massa intercaladas a cada ciclo de secagem, até estabilização de massa, considerando para esse efeito variações inferiores a



1%. O filer é depois acondicionado em exsicadores até ao momento em que a mistura é feita para impedir que ganhe humidade.

O próximo passo é realizar a mistura dos mastiques. Foram preparadas 6 misturas de mastiques, 3 de cada filer.

A lata contendo o betume foi levada à estufa a 150°C (temperatura a que a mistura é realizada) durante cerca de 50 minutos. Simultaneamente noutra estufa, à mesma temperatura, foram colocados os recipientes metálicos contendo o filer. Passados 50 minutos, a lata de betume é retirada da estufa e é colocada numa manta de aquecimento de maneira a conservar a temperatura da mistura. Um misturador mecânico é inserido na lata de maneira a agitar a mistura, garantindo assim a sua homogeneização (Figura 3.8).



Figura 3.8 - Produção de mastique.

Tendo em conta que a preparação da mistura deve ocorrer num período de 20 minutos, são adicionadas pequenas quantidades de filer intervaladas de tal forma a permitir que o betume consiga digerir o mesmo. Os 4 recipientes metálicos contendo o filer são retirados da estufa à medida que são necessários, garantindo assim que o mesmo se encontra o mais próximo possível da temperatura da mistura.

Depois de adicionada a quantidade total de filer a mistura é agitada por mais 10 minutos, garantindo assim homogeneidade à mesma, sendo posteriormente deixada a arrefecer. Foram depois subdivididas

em quantidades mais pequenas para posterior caracterização em função do ensaio experimental a realizar.

### 3.3.2 Envelhecimento no PAV

De modo a simular o envelhecimento a que o betume/mastique é sujeito, quer seja no processo de fabrico e aplicação quer seja durante serviço no pavimento, efetuaram-se condicionamentos no PAV (Pressure Ageing Vessel), de acordo com a EN 14769:2012 (CEN, 2012), como se pode observar na Figura 3.9.



Figura 3.9 - Pressure Ageing Vessel (PAV).

Este método combina 3 fatores promotores do envelhecimento pretendido: temperatura relativamente elevada; pressão de ar elevada e reduzida espessura de betume. Esta combinação força o ar a penetrar na reduzida espessura de material acelerando assim o processo de oxidação. Como referido anteriormente, o período de 5 horas diz respeito ao envelhecimento causado pelo fabrico e aplicação da mistura e o período de 25 horas ao envelhecimento sofrido pela mistura durante algum tempo de utilização no pavimento.

As latas de betume e mastique juntamente com os pratos metálicos são levados à estufa a 135°C e 150°C, respetivamente, durante o tempo necessário para fluidificação. Definindo uma espessura de material, fixada em aproximadamente 3,2 mm e conhecendo as dimensões dos pratos metálicos do PAV e as densidades do betume e mastiques foi possível determinar a quantidade em massa de cada ligante a colocar em cada prato. Foram preenchidos um total de 10 pratos metálicos que por sua vez são dispostos num suporte metálico que é colocado no PAV.

As condições de envelhecimento estabelecidas e programadas manualmente no equipamento foram as seguintes: temperatura de  $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; pressão de  $2,1\text{ MPa} \pm 0,1\text{ MPa}$  e tempo de 5 h ou 25 h.

Quando a temperatura registada é cerca de  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  inferior à temperatura de envelhecimento, a câmara é gradualmente pressionada com ar até à pressão pretendida e o procedimento de envelhecimento é iniciado. Se no intervalo de duas horas a temperatura no interior do PAV não atingir  $99\text{ }^{\circ}\text{C}$  o condicionamento é abortado e o betume ou mastique é rejeitado.

Após terminados os períodos de envelhecimento definidos, a câmara atravessa um curto período de despressurização e de seguida o suporte contendo os pratos com betume ou mastique é retirado da mesma e levado à estufa a  $165^{\circ}\text{C}$  durante meia hora, para que a fluidez ideal do ligante seja atingida, facilitando assim o processo de recolha da mesma.

Posteriormente, de modo a conservar ao máximo a temperatura do material, cada prato é retirado individualmente da estufa e o betume ou mastique é vertido para um recipiente. Após concluído este processo, o material é deixado a arrefecer e o recipiente é coberto para evitar contaminação.

### **3.3.3 Porosidade e teor de massa em água das bases de pedra**

A caracterização das bases de pedra surge com o objetivo de determinar as propriedades no que à porosidade e absorção de água diz respeito, método realizado de acordo com a EN 1097:2013 (CEN, 2013).

Determinando diretamente a massa seca (MS), saturada (MSat) e imersa (MI) é possível determinar indiretamente a massa volúmica real (MVR), aparente (MVA) e aparente saturada (MVAS) bem como a porosidade e o teor de massa em água.

#### **Massa seca**

As bases de pedra foram colocadas numa estufa a  $60^{\circ}\text{C}$  durante pelo menos 72 horas para garantir a secagem completa das mesmas. Posteriormente são obtidas e registadas as massas.

As bases de calcário e de granito apresentam uma massa seca média de 285,3 g e 285,1, respetivamente.

#### **Massa saturada**

A determinação desta massa é algo mais complexa, na medida em que as bases de pedra têm que ser submetidas a um outro processo antes de a mesma massa ser apurada. Primeiramente são colocadas



em vácuo garantido por uma bomba dentro de uma campânula de vidro (Figura 3.10) durante 24 horas para que o ar contido nos poros abertos das bases seja completamente removido.

Seguidamente, e em simultâneo com o processo de vácuo, é injetada água para o sistema durante 24 horas com a intenção de a mesma preencher na totalidade os poros abertos, facilitando assim a sua impregnação nas bases.

No terceiro e último processo, já com as bases completamente submersas, a bomba de vácuo é desligada e as bases são deixadas no banho durante 24 horas.

Depois de completo o processo acima descrito, as bases são retiradas do banho, a água visivelmente em excesso é removida das faces das mesmas e é determinada a massa de cada base.

As bases de calcário e de granito apresentam uma massa saturada média de 295,3 g e 286,2 g, respetivamente.



Figura 3.10 - Campânula de vácuo contendo as bases de pedra para determinação das respetivas massas saturadas.

## **Massa imersa**

A determinação desta massa passa pela colocação da base de pedra suspensa em água dentro de um cesto metálico fixo à balança, realizando assim uma medição hidrostática. As bases de calcário e de granito apresentam uma média de 180,1 g e 178,8 g, respetivamente.

## Massa volúmica real

As bases de calcário e de granito apresentam uma massa volúmica real média de  $2711,3 \text{ kg/m}^3$  e  $2681,9 \text{ kg/m}^3$ , respetivamente, determinadas a partir da expressão 3.4.

$$MVR(\text{kg/m}^3) = \frac{M_s}{M_s - M_i} \quad (3.4)$$

## Massa volúmica aparente

As bases de calcário e de granito apresentam uma massa volúmica aparente média de  $2475,5 \text{ kg/m}^3$  e  $2656,6 \text{ kg/m}^3$ , respetivamente, determinadas a partir da expressão 3.5.

$$MVA(\text{kg/m}^3) = \frac{M_s}{M_{sat} - M_i} \quad (3.5)$$

## Massa volúmica aparente saturada

As bases de calcário e de granito apresentam uma massa volúmica aparente saturada média de  $2562,5 \text{ kg/m}^3$  e  $2666,1 \text{ kg/m}^3$ , respetivamente, determinadas a partir da expressão 3.6.

$$MVASat(\text{kg/m}^3) = \frac{M_{sat}}{M_{sat} - M_i} \quad (3.6)$$

## Porosidade

As bases de calcário e de granito apresentam uma porosidade média de 8,7% e 0,95%, respetivamente, determinadas a partir da expressão 3.7.

$$Porosidade(\%) = \frac{M_{sat} - M_s}{M_{sat} - M_i} \times 100 \quad (3.7)$$

## Teor de massa de água

O calcário e o granito apresentam um teor de massa de água médio de 3,5% e 0,36%, respectivamente, determinados a partir da expressão 3.8.

$$\text{Teor de massa de água(\%)} = \frac{M_{sat} - M_s}{M_s} \times 100 \quad (3.8)$$

### 3.3.4 Penetração com agulha

A determinação da penetração com agulha é um dos principais ensaios em ligantes, na medida em que permite identificar o a classe em questão, ensaio este conduzido de acordo com a EN 1426:2015 (CEN, 2015). Consiste na quantificação, em décimos de milímetro, da profundidade que uma agulha colocada verticalmente penetra no ligante em função de uma determinada temperatura, carga e duração de penetração. Para ligantes desta gama é expectável que a penetração seja inferior a 330 x 0,1 mm, pelo que o ensaio é realizado a 25°C com uma carga de 100 g aplicada durante 5,0 segundos (Figura 3.11).

O lote de betume/mastique é colocado na estufa a uma temperatura de 135 °C para o betume e 150 °C para os mastiques. Posteriormente é vertido para uma cápsula cilíndrica normalizada de aço inoxidável, com profundidade interna de 20 mm e diâmetro interno de 35 mm.

O betume é vertido para as cápsulas e estas são deixadas a arrefecer durante cerca de 90 minutos, tapando as mesmas para que todas as bolhas de ar formadas sejam expelidas devidamente, impedindo também a ocorrência de qualquer tipo de contaminação. Posteriormente são colocadas num banho de água a 25°C durante cerca de 90 minutos.

A primeira de 3 agulhas é colocada no aparelho de penetração e a cápsula, dentro do banho, é colocada dentro de um recipiente de transferência para garantir que a mesma se encontra ininterruptamente submersa (a 25°C) durante a realização do ensaio, sendo transferida e posicionada no aparelho para que a penetração possa ser realizada. O posicionamento da agulha é crucial para a determinação do valor da penetração, pois a mesma é manualmente colocada de modo a estar o mais próximo possível da superfície do ligante sem o penetrar.

São realizadas três penetrações em cada cápsula, cada uma com uma agulha diferente e espaçadas entre si e entre elas e o bordo da cápsula pelo menos 10 mm. O valor correspondente à penetração é obtido através da média das 3 penetrações.

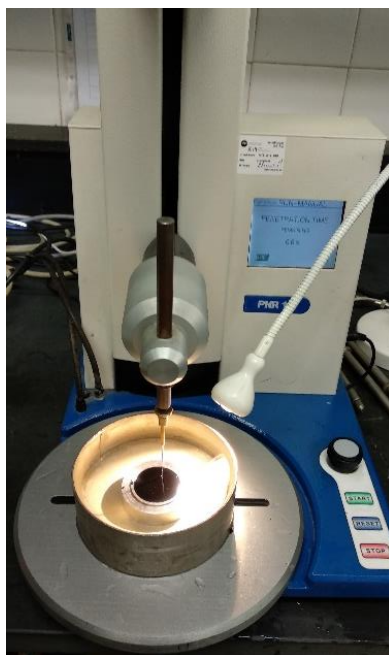


Figura 3.11 - Ensaio de penetração com agulha.

### 3.3.5 Temperatura de amolecimento

Este ensaio consiste em dois anéis de latão inoxidável colocados lado a lado no mesmo suporte metálico preenchidos com o material a caracterizar submetidos a um processo de aquecimento a uma taxa controlada em banho de água destilada. Sobre cada disco de betume está posicionada uma esfera de aço que, à medida que o material aquece e consequentemente se torna menos viscoso, força o filme de betume envolvente a deslocar-se uma determinada distância (Figura 3.12). Este ensaio foi realizado de acordo com a EN1427:2015 (CEN, 2015).

A temperatura de amolecimento corresponde à média das temperaturas registadas no momento em que o filme de betume que envolve as duas esferas percorre  $25,0 \text{ mm} \pm 0,4 \text{ mm}$ , distância à qual se encontra uma placa de metal que integra o suporte metálico.

O fluido do banho é água destilada recentemente fervida que depois de arrefecida à temperatura ambiente, é vertida para um copo de vidro contendo o suporte metálico, as esferas e um magnete para agitação do banho no decurso do ensaio, sendo o sistema imediatamente colocado em banho de água a  $5 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Simultaneamente são preparados os anéis do material a caracterizar, fluidificando o mesmo na estufa a uma temperatura de  $135^{\circ}\text{C}$  no caso do betume e a  $150^{\circ}\text{C}$  no caso do mastique, durante o tempo necessário até se atingir a fluidez desejada. Cerca de 10 minutos antes de retirar o betume da estufa, os anéis de latão são colocados na mesma para garantir que ambos se encontram à mesma

temperatura no momento de preenchimento dos mesmos. A base metálica sobre a qual o betume será vertido para os anéis é untada com uma mistura descofrante composta por glicerina e pó de talco, numa proporção de 50% cada. O betume é vertido para os anéis e deixados a arrefecer durante 30 minutos, tempo a partir do qual a superfície dos mesmos é rasada com recurso a uma faca quente para que o material esteja nivelado com a superfície dos anéis. Posteriormente os anéis contendo o material são colocados no suporte metálico que já se encontra no banho de água a  $5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  e o sistema é deixado a repousar durante entre 15 a 20 minutos, para garantir que o mesmo se encontra à temperatura pretendida.

O sistema é retirado do banho e é colocado no aparelho para que o ensaio seja iniciado. Este processo deve ser realizado o mais depressa possível para garantir a estabilidade da temperatura desejada. As esferas de aço são colocadas no centro dos discos de betume recorrendo a uma pinça metálica, posição essa garantida através de centradores metálicos colocados sobre os anéis.

Antes do ensaio ter início a temperatura inicial é novamente controlada, sendo o ensaio abortado se a mesma não for de  $5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . O ensaio começa, a agitação magnética e o aquecimento da placa acontecem simultaneamente, sendo que o aquecimento deve ser realizado a uma taxa de  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Os primeiros 3 minutos do ensaio servem para que a taxa de aquecimento seja controlada por forma a garantir a sua estabilidade. Após decorridos os primeiros 3 minutos, são registadas as temperaturas do sistema a cada minuto e as temperaturas e os tempos totais do momento em que cada esfera envolta em betume percorre uma distância de  $25,0\text{ mm} \pm 0,4\text{ mm}$ , como referido anteriormente. O ensaio termina quando se verifica a condição atrás descrita para a última esfera de aço.

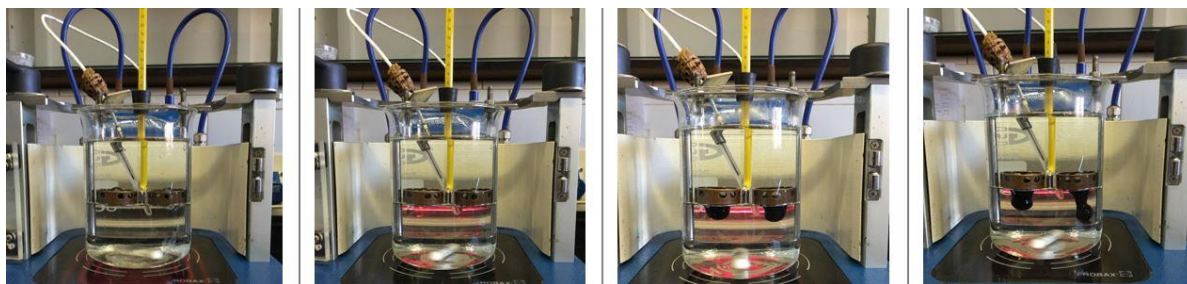


Figura 3.12 - Ensaio de temperatura de amolecimento.

### 3.3.6 Aderência por tração (Pull-Off)

Foram testados dois métodos diferentes devido ao facto de os resultados do primeiro não terem sido os pretendidos.

O primeiro método, tendo como base um trabalho desenvolvido por outros autores (Canestrari, Graziani, & Santagata, 1990), consiste no fabrico de peças metálicas com 20 mm de diâmetro e 0,8 mm de profundidade, com 8 orifícios que permitem o escorrimento do ligante em excesso (Figura 3.13).



Figura 3.13 - Peças metálicas concebidas para a realização do ensaio de aderência por tração segundo o primeiro método.

As bases de pedra já haviam sido lavadas e secadas para retirar a maior parte das poeiras depositadas nas suas superfícies aquando do processo de corte. Contudo, as mesmas foram novamente lavadas submetidas a um ciclo de secagem e acondicionadas no exsiccador para garantir que se encontra completamente seca.

Antes da aplicação de qualquer ligante sobre a superfície da pedra, a mesma é limpa com acetona para remoção de qualquer resíduo que possa existir.

Assim, uma pequena quantidade de ligante em estado fluido é colocada na cavidade das peças metálicas que são imediatamente pressionadas contra as bases de pedra (Figura 3.14), permitindo assim que o material em excesso escorra livremente através dos já mencionados orifícios, garantindo assim que o filme de ligante originado seja de 0,8 mm. Após alguns ensaios, verificou-se que as mesmas apenas são eficazes aquando da caracterização de betumes. No caso dos mastiques verificaram-se complicações na aderência entre os mesmos e as peças metálicas, pelo que foi concluído que este não seria o método ideal para o ensaio de aderência por tração.

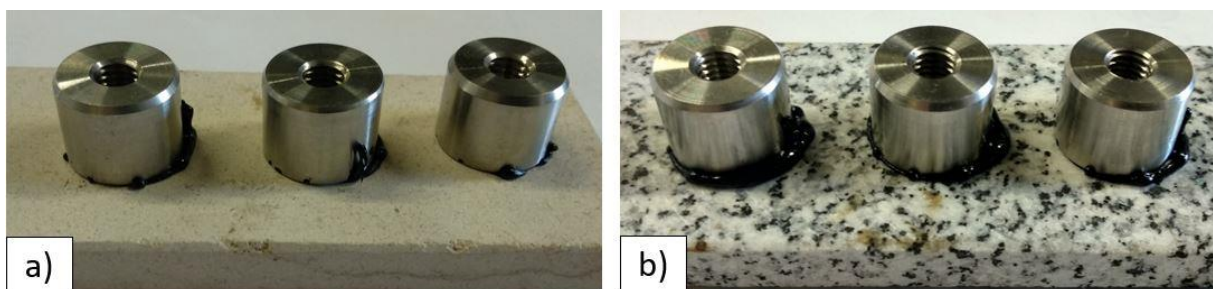


Figura 3.14 - Primeiro método testado para o ensaio de aderência por tração em bases de calcário (a) e de granito (b).

O segundo método consiste em determinar a massa de material a colocar em cada anel de diâmetro conhecido por forma a criar um filme com a espessura pretendida, fixada nos já mencionados 0,8 mm (Figura 3.15) sendo realizado utilizando a mesma analogia do preenchimento dos pratos para o envelhecimento no PAV, sendo que desta vez os elementos a preencher foram anéis metálicos com



26 mm de diâmetro, com recurso às expressões 3.1 a 3.3. O procedimento pode ser consultado no Anexo A – Ensaio de Aderência por tração (Pull-Off) Contudo, de maneira a tornar os anéis estanques e imóveis, foi colocada uma massa fixadora no perímetro exterior dos mesmos.

As bases e o ligante são colocados na estufa a 150°C durante cerca de 1 hora. Depois de colocada a respetiva massa em cada anel houve a necessidade de espalhar o material com recurso a uma agulha metálica garantindo assim que toda a área se encontra preenchida de maneira a produzir uma espessura uniforme, colocando as bases de pedra numa chapa quente nivelada para manter a temperatura do sistema nos 150°C anteriormente referidos.

Depois de arrefecidas, as bases são colocadas numa sala climatizada a 23 °C  $\pm$ 2°C e 50%  $\pm$ 5% de humidade relativa sujeitas a duas situações de ensaio: seca e molhada. Durante 24 horas as bases secas são cobertas e deixadas em repouso enquanto que as bases molhadas são imersas em água, repousando sobre duas varetas de vidro garantindo assim que as faces inferiores das mesmas estão livremente em contacto com a água. Decorridas as 24 horas são coladas peças metálicas com 20 mm de diâmetro na superfície do ligante com recurso a uma super cola comercial, sendo o perímetro exterior das mesmas posteriormente rasadas com uma faca quente para criar uma descontinuidade física entre a área coberta pela peça metálica e a restante área.

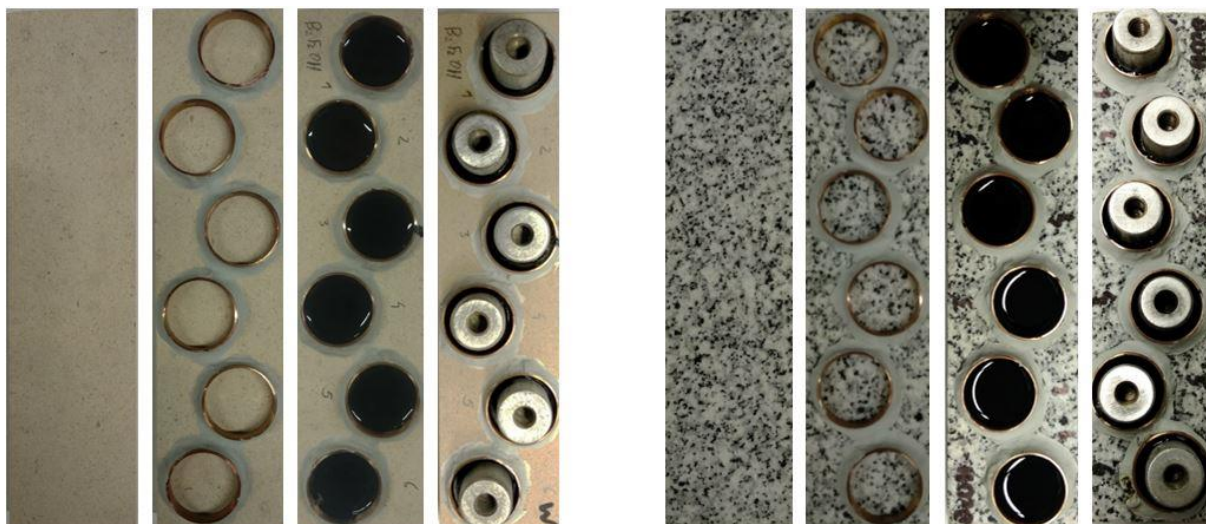


Figura 3.15 - Processo de preparação do ensaio de aderência por tração com bases de pedra de calcário e granito, respetivamente.

Passadas duas horas, as bases são fixas a uma superfície com recurso a garras metálicas, o aparelho é instalado e procede-se à aplicação da tração (Figura 3.16), registando os valores em força (kN) que quando divididos pela área de ensaio (mm<sup>2</sup>) permite determinar a tensão de rotura (kPa),



Figura 3.16 - Ensaio de aderência por tração.

Depois de obtidas as tensões registradas são também registradas a percentagem de rotura coesiva em cada ensaio. A Figura 3.17 explica o método adotado que consiste em realizar um registo fotográfico das bases de pedra imediatamente depois do ensaio de aderência por tração (a) sendo posteriormente analisadas em AutoCAD, definindo a área total de ensaio (b) e as zonas em que se verificou a rotura por perda de coesão (c e d) estabelecendo depois a relação entre a mesma e a área total ensaiada.

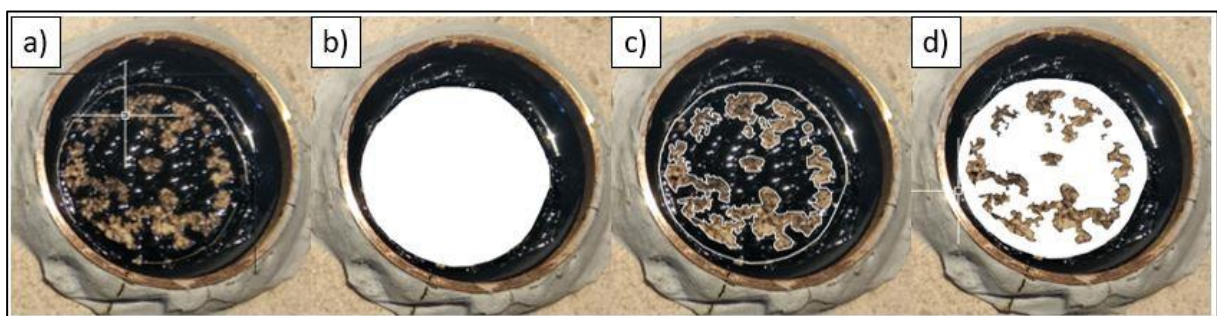


Figura 3.17 - Método adotado para determinação da percentagem de rotura coesiva no ensaio de aderência por tração com recurso à ferramenta AutoCAD.



### **3.3.7 Afinidade entre ligante e agregado – Ensaio de água em ebulição (Boiling Water Test)**

Este ensaio foi conduzido de acordo com a norma EN12697-11 (CEN, 2012) e realizado de acordo com duas metodologias diferentes, a fim de perceber a influência do agregado no envelhecimento do ligante e, consequentemente, do respetivo desrevestimento do mesmo.

Ambas as metodologias estão divididas em duas fases: a preparação da amostra e a realização do ensaio propriamente dito.

Inicialmente o agregado, lavado e seco, é coberto com betume ou mastique, respeitando quantidades em massa quer de agregado quer de betume, sendo depois deixados a arrefecer. Numa segunda fase os agregados revestidos são imersos em água em ebulição durante um período de tempo estabelecido, sendo posteriormente avaliada a percentagem de desrevestimento verificada.

A primeira metodologia consiste em cobrir o agregado com os diferentes ligantes sem envelhecimento e com envelhecimento de 25 horas.

Na primeira fase são recolhidos aproximadamente 1500g  $\pm$  2 g de agregado de calcário e colocados dentro de um recipiente metálico. Para o caso de granito foram apenas recolhidas 500 g.

Apesar de o agregado já ter sido lavado e seco, foi realizado um segundo período de lavagem-secagem pois foi verificada a existência de algumas poeiras originadas no período de armazenamento do mesmo sendo depois colocados num exsicador para impedir que os mesmos absorvam humidade.

O ligante e o agregado são levados à estufa a 150°C durante 1 e 3 horas, respetivamente. Uma colher de aço inoxidável é colocada simultaneamente na estufa durante tempo suficiente para atingir a temperatura da mistura para que a mesma se mantenha constante no momento em que a mesma é realizada.

A quantidade de betume utilizada representa 2% da quantidade de massa de agregado, tanto para o calcário como para o granito. No caso dos mastiques é adicionada ao agregado a massa correspondente ao mesmo volume de betume adicionado na mistura de agregado com betume, recorrendo assim às massas volúmicas dos materiais para efetuar os cálculos necessários.

O ligante é vertido para o recipiente metálico contendo o agregado que é prontamente colocado numa manta aquecida a 150°C para que a temperatura da mistura seja conservada e controlada (Figura 3.18), procedendo-se então à mistura com recurso à colher até que seja visivelmente perceptível que as partículas de agregado se encontram completamente revestidas pelo ligante.



Figura 3.18 - Realização da mistura betuminosa com recurso a manta aquecida.

A mistura é depois vertida para um tabuleiro metálico previamente untado com uma substância descofrante garantindo assim que a mesma não adere à base do tabuleiro. As partículas são dispostas de modo a que não haja agregação nem sobreposição das mesmas e, após algum arrefecimento e com recurso a luvas de plástico, são manualmente desagregadas e acondicionadas de modo a evitar contaminações.

A segunda metodologia consiste em revestir o agregado calcário com os 3 ligantes não envelhecidos realizada da mesma maneira que a primeira metodologia. Posteriormente as misturas são colocadas em tabuleiros metálicos (Figura 3.19) e são submetidas a um processo de envelhecimento em estufa de 4 horas a 135°C seguido de 72 horas a 85°C correspondendo ao processo de RFTOT+PAV ou seja, ao processo de envelhecimento de longo prazo (Partl et al., 2013).

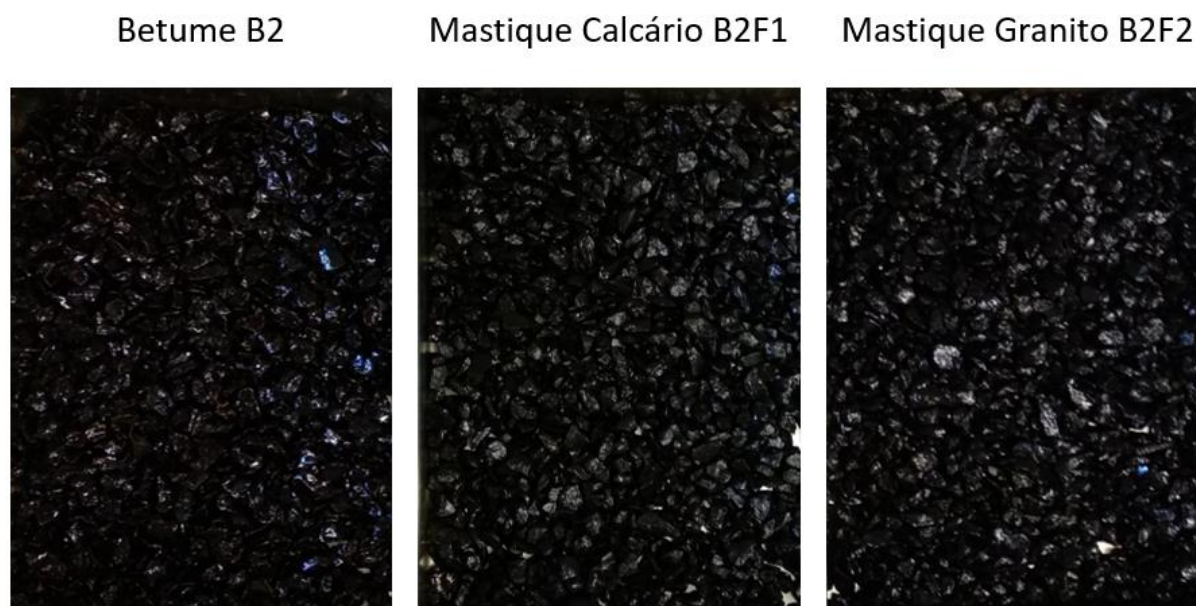


Figura 3.19 - Misturas soltas (betume e mastiques de calcário e de granito) dispostas em tabuleiros antes de serem envelhecidas em estufa.

O principal objetivo desta metodologia é verificar a influência que o agregado tem no envelhecimento do ligante, comparando os desrevestimentos obtidos entre os mesmos e o caso em que o ligante é primeiramente envelhecido e posteriormente misturado com o agregado.

Na segunda fase, apenas realizada para o agregado de calcário, recorre-se a titulações ácido base com amostras cujo desrevestimento é conhecido. Através de 6 combinações de agregado revestido e desrevestido (Tabela 3.4 e Figura 3.20) e consequentemente uma percentagem de desrevestimento conhecida, é possível criar uma curva de calibração através da qual será possível determinar com precisão a percentagem de desrevestimento da amostra depois de fervida em água destilada em ebulição, principal objetivo deste ensaio.

Tabela 3.4 - Combinação de agregado desrevestido e revestido e respetivas percentagens de desrevestimento para determinação da curva de calibração.

Mistura	Massa agregado desrevestido (g)	Massa agregado coberto (g)	Percentagem de agregado descoberto (%)
1	0	200 ( $\pm 0,25$ )	0
2	20 ( $\pm 0,25$ )	180 ( $\pm 0,25$ )	10
3	40 ( $\pm 0,25$ )	160 ( $\pm 0,25$ )	20
4	60 ( $\pm 0,25$ )	140 ( $\pm 0,25$ )	30
5	100 ( $\pm 0,25$ )	100 ( $\pm 0,25$ )	50
6	200 ( $\pm 0,5$ )	0	100



Figura 3.20 – Combinações de agregado desrevestido e revestido e respetivas percentagens de desrevestimento utilizadas para determinação da curva de calibração.

São realizadas 2 titulações iniciais para os reagentes, garantindo assim que são equivalentes, 2 para cada uma das combinações a utilizar e 4 para o ácido em contacto com as misturas depois de fervidas em água destilada, titulações essas sempre realizadas recolhendo 25 mL de ácido.

Primeiramente há que obter os reagentes para realizar as titulações para o agregado de calcário. Foram utilizados ácido clorídrico e hidróxido de sódio, ambos com concentração de 0,1 N.

Cada combinação de mistura é colocada num copo de vidro em contacto com  $200 \pm 0,5$  mL de ácido durante 5 minutos. A mistura é agitada no início, a meio e no final dos 5 minutos. O ácido é recolhido e utilizado para realizar a titulação, sendo o respetivo valor utilizado para obter a curva de calibração das percentagens de desrevestimento conhecidas.

São realizados 2 ensaios com água em ebulição (Figura 3.21) tanto para a mistura de calcário como para a mistura de granito, cada um com  $200g \pm 0,5$  g de agregado revestido. O ensaio consiste em colocar a mistura revestida em água destilada em ebulição durante 10 minutos, tendo como principais cuidados suspender a mesma numa rede metálica a altura tal que seja suficientemente longe do fundo para evitar exposição direta ao calor como também da superfície da água, para que durante o procedimento a mistura esteja sempre submersa. A rede metálica deve ter diâmetro tal que permita uma disposição da mistura de tal modo a que não haja sobreposição das partículas.





Figura 3.21 - Realização do ensaio de desrevestimento com água em ebulição (Boiling).

Após decorridos os 10 minutos, o ligante que esteja a flutuar na superfície da água é removido com o auxílio de um papel e um jato de água fria é introduzido abaixo da superfície da água para permitir o arrefecimento da mistura. A mistura é deixada a arrefecer sendo posteriormente colocada num copo para que a lavagem com ácido seja iniciada, no caso do agregado de calcário, como referido anteriormente. O ácido recolhido é titulado e com recurso à curva de calibração já obtida é possível obter com exatidão a quantidade de desrevestimento da mesma.

O segundo método para determinação da percentagem de desrevestimento consiste em analisar visualmente o desrevestimento do agregado de calcário e de granito para que sejam retiradas conclusões relativamente aos mesmos. Para cada lote, as partículas com aspeto semelhante são agrupadas e são atribuídas percentagens de desrevestimento, em número múltiplo de 5%, a cada grupo, como se pode observar na Figura 3.22 disposta em anexo da respetiva norma de ensaio, cujos valores apresentados remetem para o revestimento, pelo que é necessário ter em conta o valor complementar para o desrevestimento ser tido em conta. É realizada uma contagem das partículas pertencentes a cada grupo para que seja possível concluir qual o grupo (e respetivo desrevestimento) maioritário.

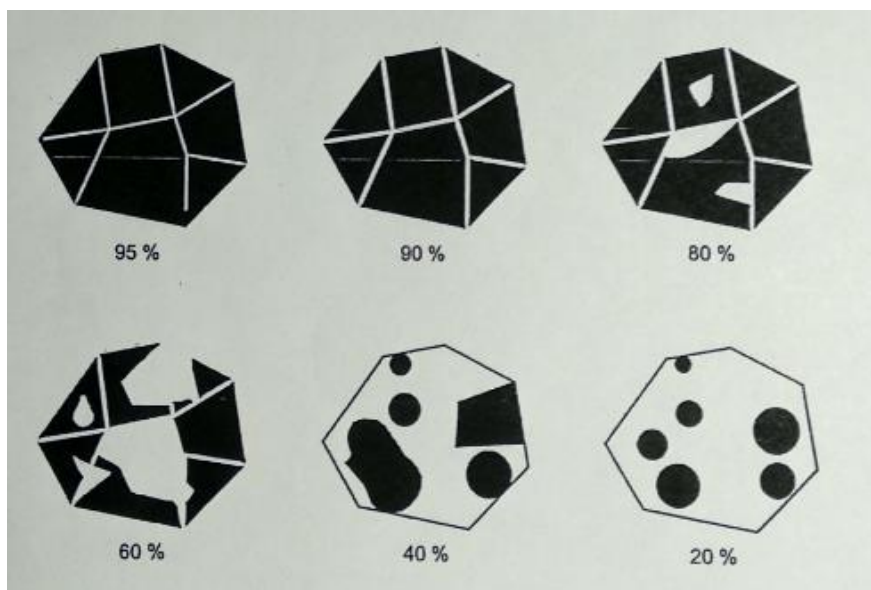


Figura 3.22 - Percentagem de revestimento estimada para método de análise visual (CEN, 2012).

### 3.3.8 Tensão superficial

A realização deste ensaio tem como principal objetivo a determinação do ângulo de contacto entre o betume/mastique e 4 líquidos de referência (água destilada, glicerol, diiodometano e etilenoglicol). O ensaio consiste em revestir lâminas de vidro com os 3 ligantes que são fixas numa garra metálica que posteriormente é mergulhada lentamente nos líquidos de referência anteriormente referidos. O ensaio é realizado com o auxílio do software do equipamento da marca Kruss através do método de Wilhelmy, cujo objetivo final é determinar o ângulo de contacto de cada formulação. O procedimento pode ser consultado no Anexo B – Ensaio para determinação do ângulo de contacto e energia de superfície livre

A preparação das amostras consiste em mergulhar uma lâmina de vidro cerca de 15 mm em ligante fluidificado (Figura 3.23). Posteriormente, são invertidas e deixadas a repousar num suporte colocado dentro de um exsicador em ambiente com temperatura controlada de  $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  durante entre 24 e 36 horas, garantindo sempre a sua verticalidade com o objetivo de obter uma superfície homogénea e sem imperfeições.



Figura 3.23 - Lâmina de vidro revestida com betume.

Em cada líquido de referência são introduzidas 3 lâminas cobertas de cada formulação dando origem a um total de 12 ensaios para cada ligante.

Depois de definidas as propriedades do ensaio tais como as características físicas da lâmina coberta (largura e espessura), profundidades máximas e mínimas de penetração bem como a velocidade a que a mesma é introduzida no líquido, a lâmina suspensa e incorporada no tensiómetro é manualmente aproximada da superfície do líquido sem entrar em contacto com o mesmo, tal como se pode observar na Figura 3.24.



Figura 3.24 - Ensaio de determinação do ângulo de contacto através do método de Wilhelmy.

Como referido anteriormente, o ensaio tem associado uma fase descendente e uma fase ascendente, sendo que apenas a fase descendente é contabilizada para efeitos de cálculo.

No final, o software apresenta dois gráficos (força Vs posição e ângulo de contacto Vs posição) sendo o segundo obtido indiretamente a partir do primeiro. Contudo, no primeiro gráfico é ainda necessário ajustar uma reta de regressão linear a um troço do gráfico em que se observe um comportamento linear da força medida em função do deslocamento. Posteriormente são realizadas as médias dos ângulos de contacto obtidos correspondentes aos 3 ensaios realizados para cada líquido de referência. É realizada uma análise utilizando as teorias de ácido base e dos dois componentes, sendo que para efeitos de quantificação da energia de superfície livre apenas será utilizada a primeira teoria.

Com estes últimos valores, e recorrendo às expressões anteriormente apresentadas, é possível quantificar o trabalho necessário para quebrar as ligações adesivas em função do ligante, do envelhecimento, do tipo de agregado e da exposição dos mesmos (condições secas ou molhadas).



## 4 Resultados experimentais

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos durante a campanha experimental. A análise é feita individualmente para cada amostra e relativamente entre ligantes e tempos de envelhecimento diferentes.

### 4.1 Penetração com agulha

A Figura 4.1 e a Tabela 4.1 apresentam os resultados obtidos no ensaio de penetração com agulha realizado de acordo com a EN 1426:2015 (CEN, 2015). De acordo com a EN 12591:2011 (CEN, 2011) um betume de pavimentação não envelhecido 50/70 deve ter um valor de penetração com agulha compreendido entre 50 e 70 décimos de milímetro. O Betume B2 0H, pertencente à classe anteriormente referida, apresenta um valor de penetração de 53 décimos de milímetro pelo que cumpre as especificações exigidas. É perceptível que o envelhecimento provoca uma diminuição do valor de penetração, verificando-se esta tendência tanto para o betume como para os mastiques.

A variação do valor de penetração entre as duas fases sequenciais de envelhecimento (entre 0 e 5 horas e entre 5 e 25 horas) não foi homogénea para todas as amostras, o que revela um comportamento não linear entre as fases de envelhecimento referidas anteriormente.

Para além disso, o betume B2 apresenta sempre valores de penetração superiores a qualquer mastique, independentemente do seu tempo de envelhecimento, o que sustenta o facto de o filer causar um aumento da rigidez do fluido proporcional à quantidade de filer presente na formulação dos mastiques.

Confirma-se também o facto de o envelhecimento endurecer as amostras que podem ser comprovados pela diminuição do valor de penetração quanto maior for o envelhecimento.

Para o mesmo nível de envelhecimento verifica-se a tendência para o betume B2 apresentar sempre valores de penetração superiores, seguido do mastique de calcário B2F1 e mastique de granito B2F2.

O betume envelhecido 25 horas (B2 25H) apresenta um valor relativamente aproximado do mastique de calcário não envelhecido (B2F1 0H).

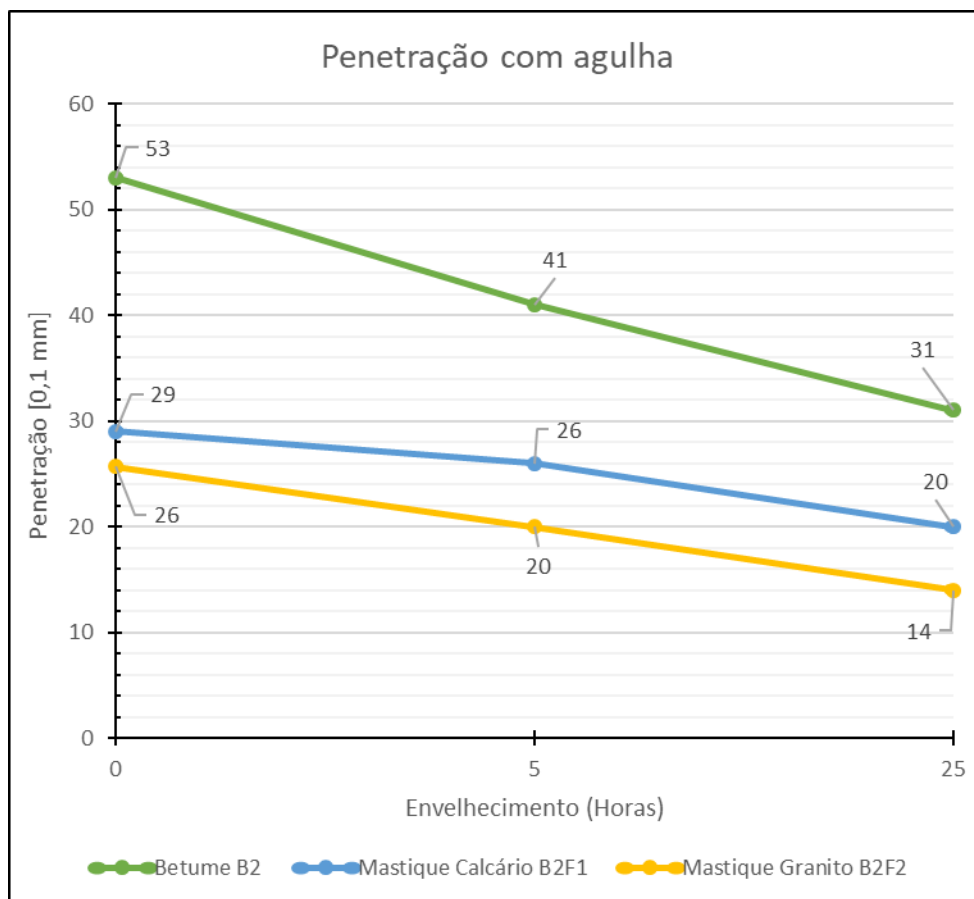


Figura 4.1 - Variação da penetração com agulha com o tempo de envelhecimento.

De acordo com a norma EN 12591:2015 (CEN, 2011) um betume de pavimentação 50/70 com envelhecimento de curto prazo apresenta obrigatoriamente um valor de penetração retida superior a 50% relativamente ao estado não envelhecido. Tal condição é verificada, visto que o betume B2 5H apresenta um valor de 77%, como se pode observar na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Variação da penetração retida com o tempo de envelhecimento.

Penetração com agulha			
Ligante	Envelhecimento (Horas)	Penetração (0,1 mm)	Penetração Retida (%)
B2	0	53	100
	5	41	77
	25	31	58
B2F1	0	29	100
	5	26	90
	25	20	69
B2F2	0	26	100
	5	20	78
	25	14	54

## 4.2 Temperatura de amolecimento

A Figura 4.2 e a Tabela 4.2 apresentam os valores obtidos da temperatura de amolecimento (TA) realizada através do método de Anel e Bola de acordo com a EN1427:2015 (CEN, 2015) para os betumes e para os mastiques. De acordo com a EN 12591:2011 (CEN, 2011), um betume de pavimentação 50/70 não envelhecido deve ter um valor de TA compreendido entre 46°C e 54°C. O betume B2 0H, pertencente à classe anteriormente referida, apresenta um valor de TA de 48,2°C, pertencendo aos limites impostos, cumprindo assim as especificações. É perceptível que o envelhecimento provoca um aumento da TA, verificando-se esta tendência tanto para o betume como para os mastiques.

Tal como o ensaio de Penetração com Agulha, o betume B2 é a amostra que sofre uma maior variação de valor de TA não envelhecido (B2 0H) e com envelhecimento a longo prazo (B2 25H).

O betume envelhecido 25 horas (B2 25H) apresenta valores semelhantes aos mastiques de calcário e granito não envelhecidos (B2F1 0H e B2F2 0H, respetivamente), sendo esta diferença menor em relação ao primeiro, destacando a relevância que a adoção de 30% de filler em teor volumétrico nos ligantes tem na consistência dos mesmos.

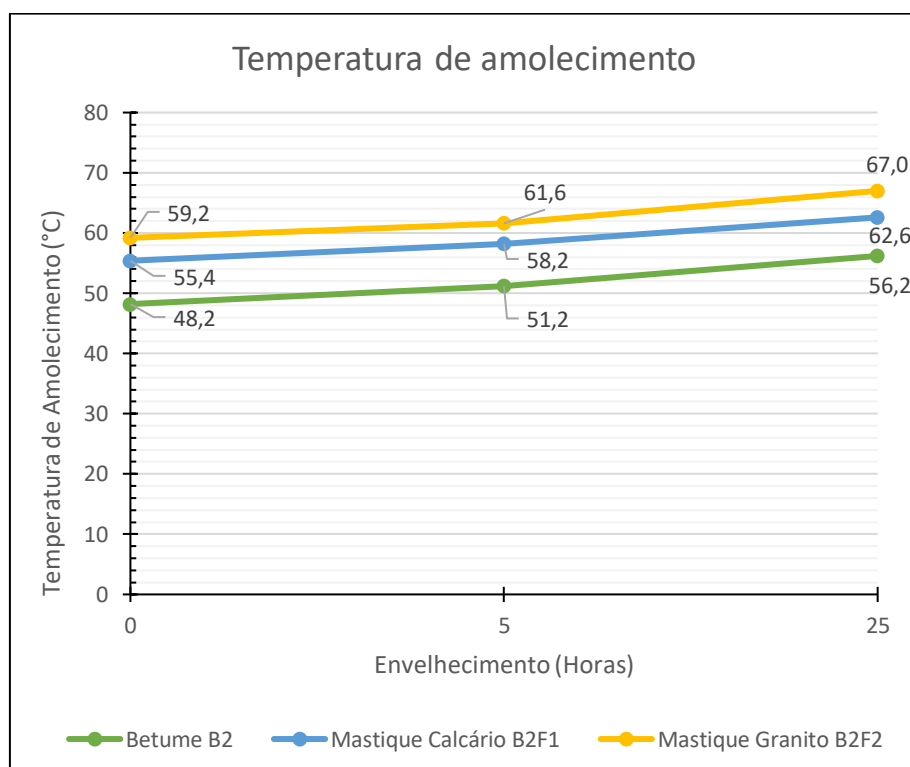


Figura 4.2 - Variação da temperatura de amolecimento com o tempo de envelhecimento.

De acordo com a norma EN 12591:2015 (CEN, 2011) um betume de pavimentação 50/70 com envelhecimento de curto prazo apresenta obrigatoriamente uma variação de temperatura de

amolecimento inferior a 11°C relativamente ao estado não envelhecido. Tal condição é verificada, visto que o betume B2 5H apresenta um valor de 3,0 °C, tal como se pode observar na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Variação da temperatura de amolecimento entre os ligantes não envelhecidos e envelhecidos.

Temperatura de amolecimento				
Ligante	Envelhecimento (Horas)	Temp. Amol. [°C]	$\Delta(0H)$	
			(°C)	(%)
B2	0	48,2	-	-
	5	51,2	3,0	5,9
	25	56,2	8,0	14,2
B2F1	0	55,4	-	-
	5	58,2	2,8	4,8
	25	62,6	7,2	11,5
B2F2	0	59,2	-	-
	5	61,6	2,4	3,9
	25	67,0	7,8	11,6

Verifica-se também que a variação entre a TA do betume não envelhecido (B2 0H) e do betume envelhecido 25 horas (B2F1 25H), apesar de relativamente semelhante, é maior que a mesma comparação realizada para os mastiques de calcário e granito.

É possível constatar que a TA do mastique de granito, quando submetidos ao mesmo tempo de envelhecimento, é sempre superior aos valores obtidos para o mastique de calcário e betume, sugerindo assim que o filler de granito confere maior rigidez relativamente ao filler de calcário, no que à consistência do ligante diz respeito.

### 4.3 Aderência por tração (Pull-Off)

A Figura 4.3 e a Figura 4.4 apresentam os valores das tensões máximas no ensaio de aderência por tração em função do ligante, do envelhecimento e do tipo de exposição (seca ou molhada).

É possível observar que o betume B2 apresenta sempre uma diminuição da tensão registada quando submerso em água, independentemente do envelhecimento e da base de pedra. Tal tendência também é verificada no caso do mastique de calcário B2F1 e mastique de granito B2F2 apenas quando aplicados sobre as bases de calcário, já que quando aplicados sobre as bases de granito se verifica um aumento da tensão registada quando submersos em água, independentemente do envelhecimento.

Verificou-se a tendência geral para os ligantes envelhecidos apresentarem sempre valores de tensão registada superiores relativamente aos mesmos ligantes não envelhecidos, independentemente do tipo de base de pedra e da exposição.

Também se observam valores de desvio padrão relativamente elevados para as amostras testadas. Destaca-se a grande variação de resultados obtidos para o betume B2 25H em condições secas e molhadas tanto para as bases de calcário como para as bases de granito. Os mastiques de granito e de calcário apresentam desvios padrão mais baixos em condições molhadas e secas tanto para as bases de calcário como para as bases de granito. No entanto, para o mastique de calcário B2F1 0H em condições secas e molhadas aplicadas sobre as bases de calcário, o valor de desvio padrão é substancialmente maior relativamente ao mastique de granito.

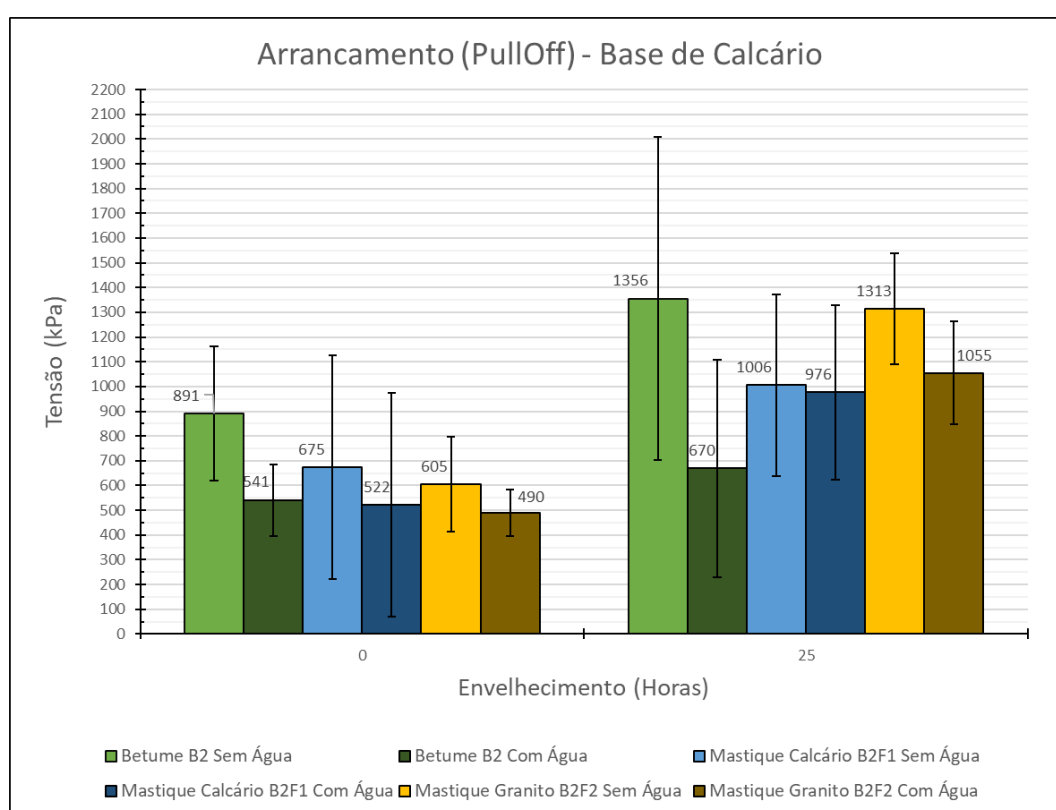


Figura 4.3 – Variação da tensão obtidas no ensaio de aderência por tração para as bases de calcário com o ligante, o envelhecimento e a exposição (seco ou molhado).

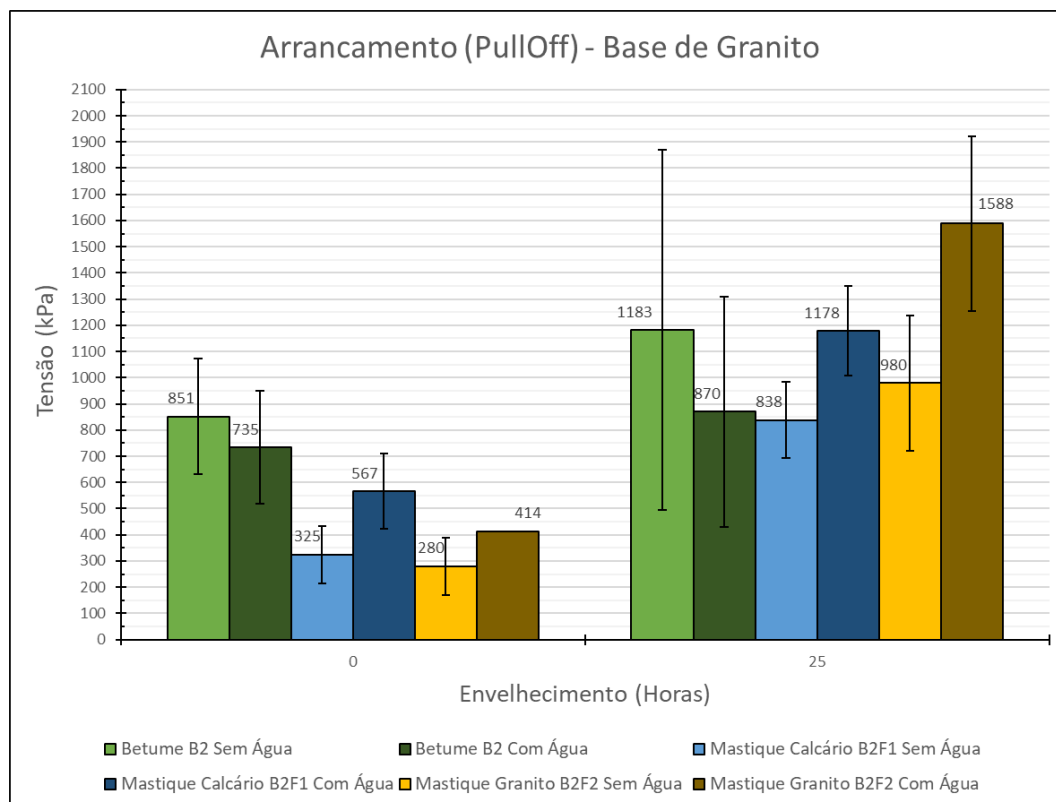


Figura 4.4 - Variação da tensão obtida no ensaio de aderência por tração para as bases de granito com o ligante, o envelhecimento e a exposição (seco ou molhado).

A Figura 4.5 e a Figura 4.6 apresentam os valores percentuais de roturas coesivas obtidas para o ensaio de aderência por tração em função do ligante, do envelhecimento e do tipo de exposição (seca ou molhada).

É possível observar que o betume B2 apresenta roturas coesivas de ou perto de 100% independentemente do envelhecimento, da base de pedra ou do tipo de exposição. O mastique de calcário B2F1 quando aplicado em bases de calcário não revela grande diferença quando envelhecido em condições secas. Em condições molhadas sofre uma redução de metade quando envelhecido, já que passa de uma rotura completamente coesiva para 50% coesiva quando envelhecido. O envelhecimento não provoca nenhuma alteração significativa na percentagem de rotura coesiva quando aplicado em bases de calcário, quer em condições secas quer em condições molhadas, apresentando valores na ordem dos 100%. Quando são utilizadas bases de granito, não se verificam alterações significativas nos valores registados quando os ligantes são envelhecidos, em condições secas ou molhadas. Exceção para o mastique de calcário B2F1 em condições molhadas, cujo valor decresce em mais de metade quando o ligante é envelhecido.

No caso dos mastique de calcário B2F1 e mastique de granito B2F2 não envelhecidos, observou-se, um aumento da percentagem de rotura coesiva quando submersas em água tanto no caso das bases de pedra de calcário como de granito. A exceção verifica-se para o mastique B2F2 0H em base de

calcário, cujo valor é praticamente 100% para ambos. Apesar desta tendência se manter no caso do mastique de granito aplicado sobre a base de calcário, os valores diferem pouco entre si, sendo considerados praticamente 100% coesivos.

No caso dos mastique de calcário B2F1 e mastique de granito B2F2 envelhecidos durante 25 horas observa-se a redução do valor em percentagem de rotura coesiva quando submersos em água em ambos os mastiques no caso das bases de calcário, redução essa mais significativa no caso do mastique de calcário. Nas bases de granito a tendência anterior verifica-se apenas para o caso do mastique de calcário já que no caso das bases de granito o mastique de granito tem tendência em aumentar o valor percentual de rotura coesiva depois de submerso em água.

Observa-se também que o betume B2, independentemente do envelhecimento, exposição e base de pedra na qual é aplicado, apresenta valores pouco variáveis na percentagem de rotura coesiva, muito perto dos 100%.

O mastique de calcário B2F1 25H apresenta uma relativamente grande dispersão sobretudo quando submerso em água., já que em condições não envelhecidas apresenta valores razoáveis de dispersão de percentagens de roturas coesivas.

Destaque também para a relativamente baixa dispersão de resultados de percentagem coesiva para o mastique de calcário B2F2 independentemente do envelhecimento, exposição e base de pedra sobre a qual é aplicado.

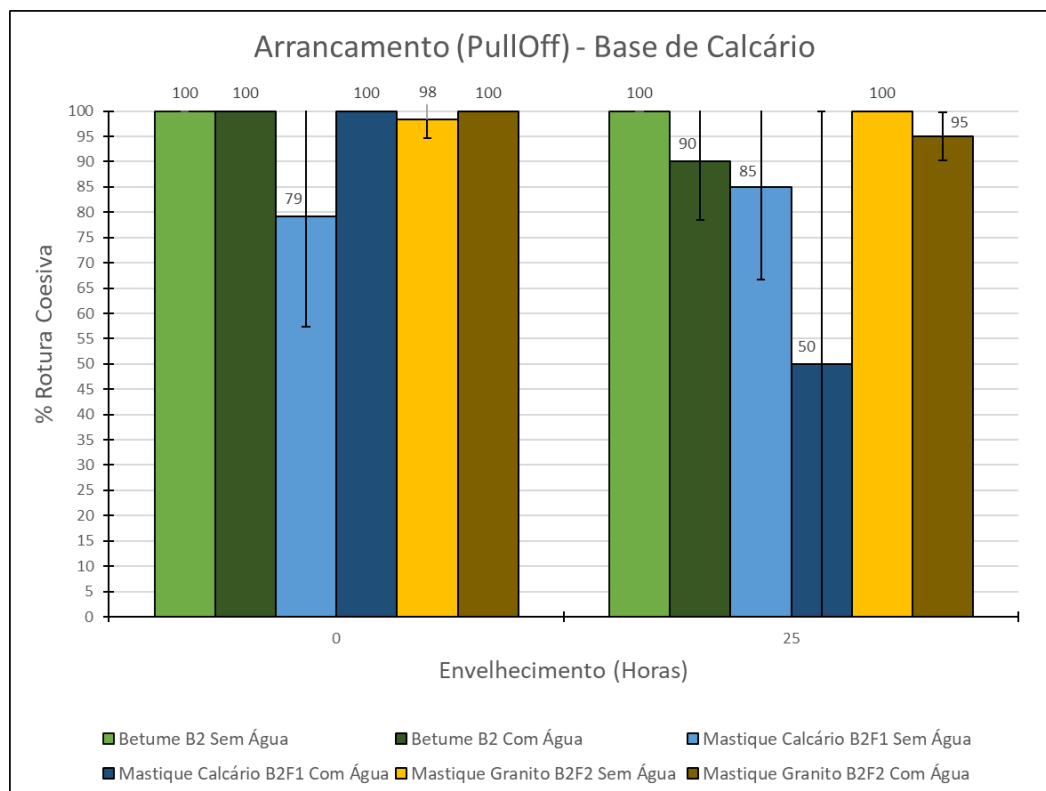


Figura 4.5 – Variação da percentagem de rotura coesiva obtida no ensaio de aderência por tração para as bases de calcário com o ligante, o envelhecimento e a exposição.

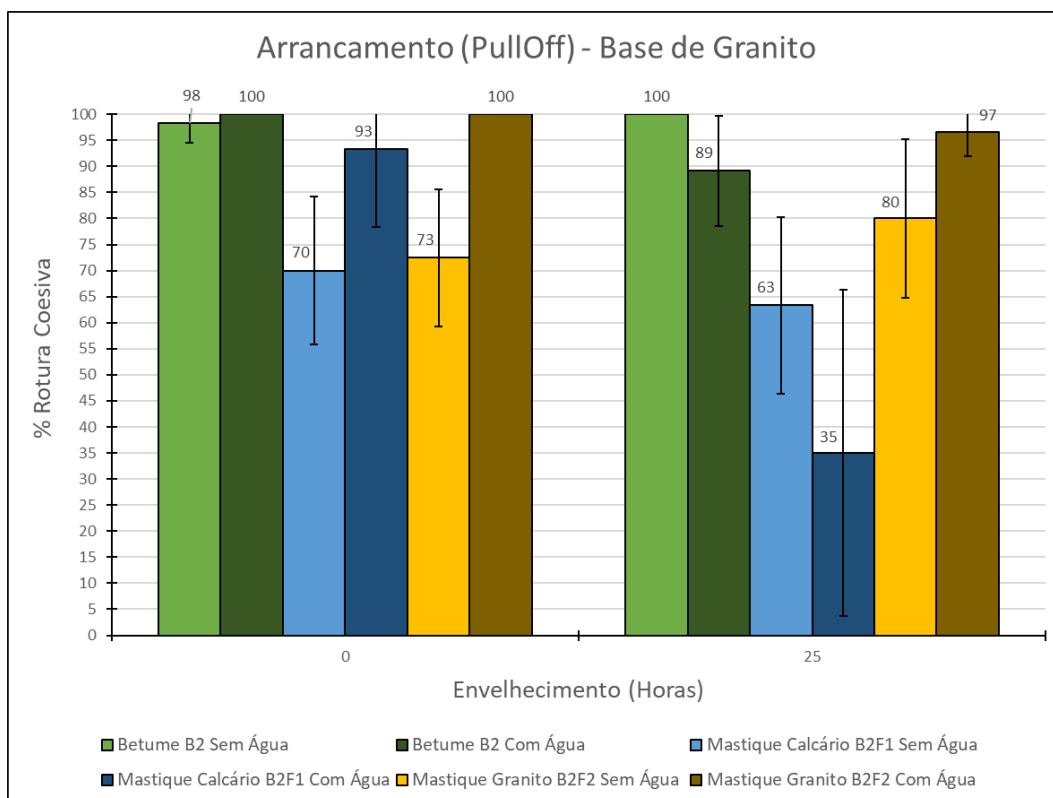


Figura 4.6 – Variação da percentagem de rotura coesiva obtida no ensaio de aderência por tração para as bases de granito com a mistura, o envelhecimento e a exposição.

#### 4.4 Afinidade entre o ligante e o agregado – Ensaio de desrevestimento com água em ebulição (Boiling Water Test)

São apresentados os resultados obtidos no ensaio de afinidade entre o ligante e os agregados de calcário e de granito, mais concretamente o ensaio de desrevestimento com água em ebulição (Boiling Water Test) realizado de acordo com a EN12697-11 (CEN, 2012).

A Figura 4.7 permite comparar as curvas de calibração (e respetivas equações polinomiais) utilizadas para determinação exata do desrevestimento do agregado de calcário coberto pelos 3 ligantes (não envelhecidos e envelhecidos 25 horas). À exceção do mastique de granito B2F2 0H, é possível observar que as curvas apresentam uma configuração bastante aproximada.



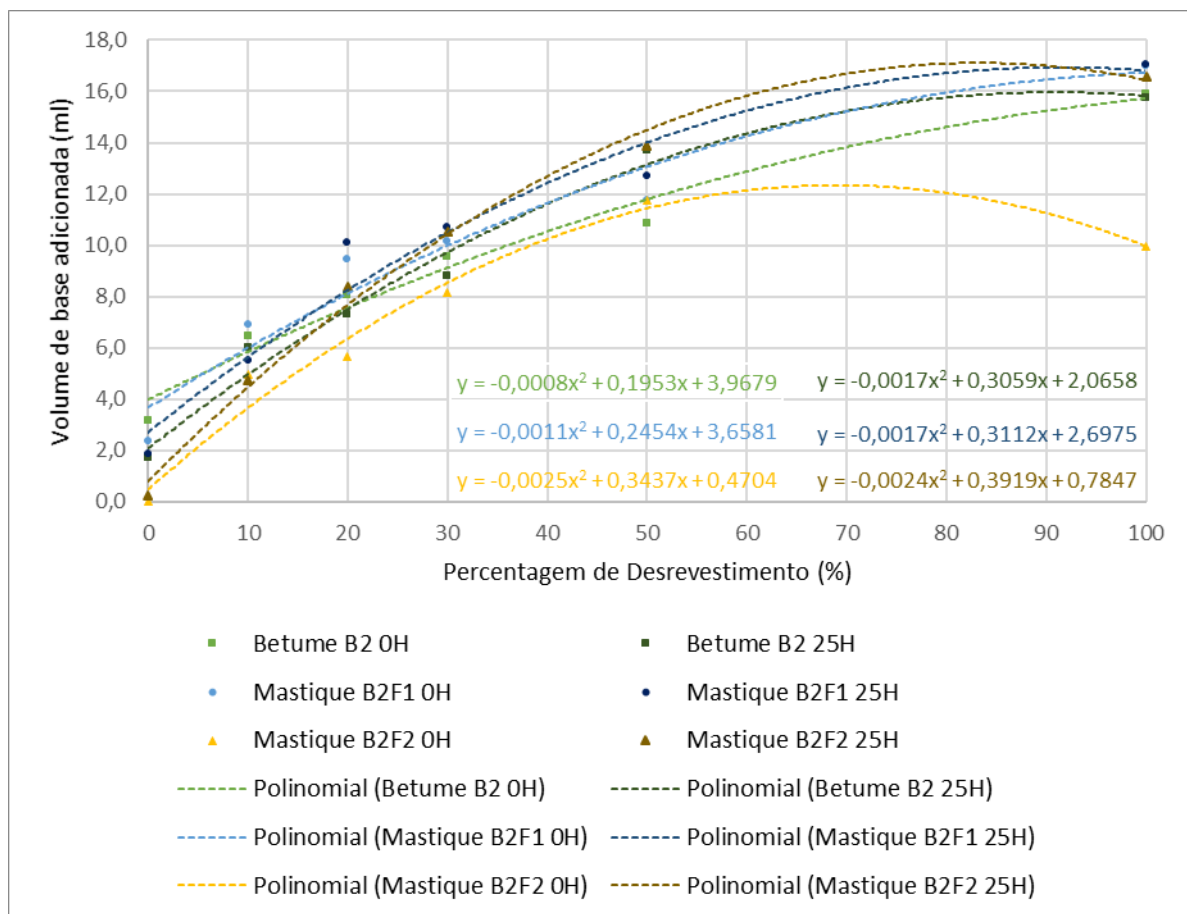


Figura 4.7 - Comparação entre as curvas de calibração para determinação do desrevestimento do agregado de calcário coberto pelos 3 ligantes não envelhecidos e com envelhecimento de 25 horas.

Na Figura 4.8 e a Figura 4.9 é possível observar o aspeto visual e a quantificação dos desrevestimentos verificados para os 3 ligantes, respetivamente.

É possível observar através da Figura 4.8 que o envelhecimento provoca o aumento do desrevestimento do agregado após ser submetido à água em ebulição. Ainda que esta tendência se verifique no caso de todos os ligantes, é bastante mais evidente no caso do betume B2, cujo envelhecimento provoca um aumento considerável do desrevestimento.



Figura 4.8 - Comparação do revestimento inicial e desrevestimento após o ensaio de água em ebulição dos 3 ligantes cobrindo o agregado de calcário.

Através da Figura 4.9 é possível observar que o betume B2 apresenta não só maiores valores de desrevestimento comparativamente aos mastiques, para os mesmos tempos de envelhecimento, como também apresenta uma maior variação percentual entre o desrevestimento da mistura sem envelhecimento e com envelhecimento de 25 horas. Esse valor é consideravelmente maior do que os desrevestimento verificados para os mesmos períodos de envelhecimento no que ao mastique de calcário (B2F1) e mastique de granito (B2F2) diz respeito.

É possível observar que a mistura com betume quando envelhecida apresenta o mesmo valor de desrevestimento que a mistura não envelhecida de mastique de calcário e o triplo do valor de desrevestimento que a mistura não envelhecida de mastique de granito, destacando a importância do filler no aumento da resistência ao desrevestimento.

Acerca de valores relativos de desrevestimento obtido entre as três misturas, observa-se que a mistura de agregado de calcário com mastique de granito apresenta maior afinidade (menos desrevestimento) para com o mesmo, seguido da mistura de mastique de calcário finalizando com a mistura de betume.

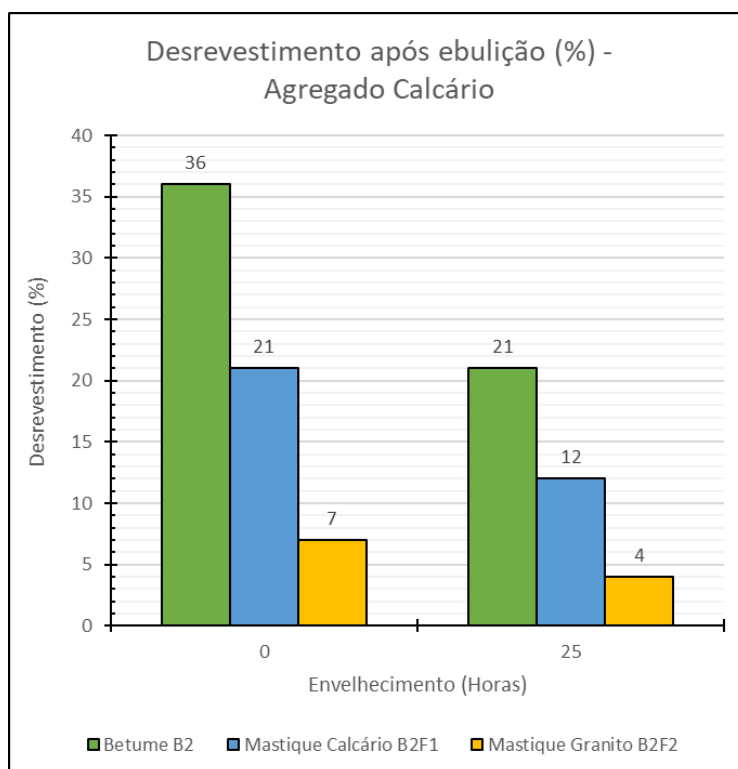


Figura 4.9 – Variação do desrevestimento de cada ligante após água em ebulição para envelhecimentos de 0 e 25 horas.

A Figura 4.10 ilustra o efeito do envelhecimento realizado em estufa a 135°C (4 horas) + 85°C (72 horas) das misturas betuminosas, não compactadas, utilizando a mistura de agregado de calcário coberto com betume B2 e mastiques de calcário e de granito, B2F1 e B2F2, respectivamente. Depois de submetido ao referido período de envelhecimento, os tabuleiros contendo as misturas foram retirados da estufa e o aspeto de cada uma foi registado como ilustra a respetiva figura.

Betume B2

Mastique Calcário B2F1

Mastique Granito B2F2

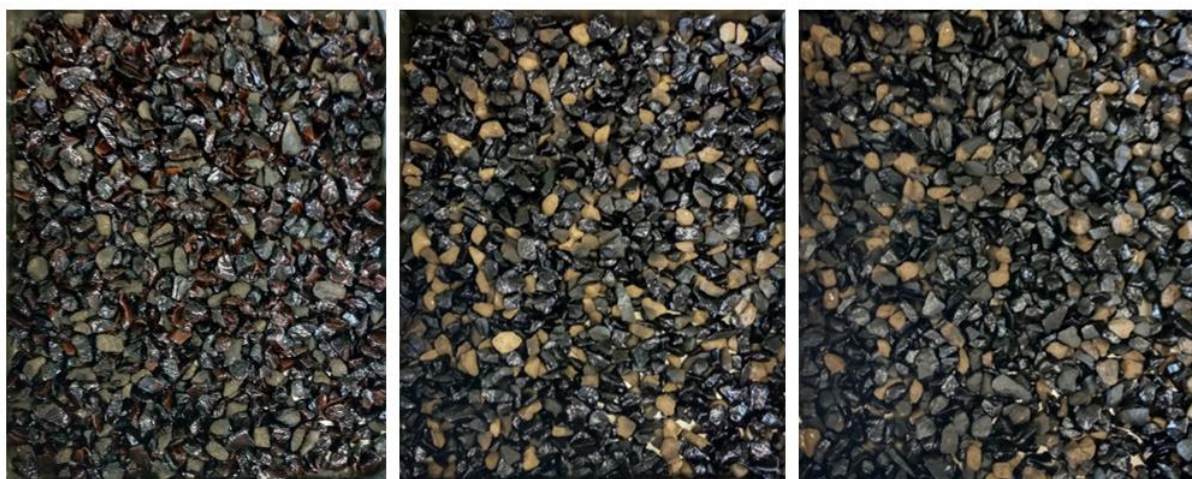


Figura 4.10 - Misturas soltas (betume e mastiques de calcário e de granito) depois de envelhecidas em estufa.

É visivelmente perceptível que o envelhecimento provocou alterações em misturas que tinham um aspeto homogêneo antes de serem envelhecidas, pelo que houve a necessidade de separação das partículas, em cada mistura, para tentar perceber melhor o fenómeno ocorrido, separação essa realizada de acordo com a Figura 4.11. A separação foi realizada em função do grau de desrevestimento causado pelo processo de envelhecimento. É assim possível observar que para o betume B2 foram realizados dois grupos com aspeto físico semelhante. No caso dos mastiques de calcário e de granito optou-se por realizar a separação de acordo com três grupos. Em todos os casos foi ainda possível quantificar, percentualmente, a quantidade de cada grupo, recorrendo para isso à determinação da massa de cada um.





Figura 4.11 - Agrupamento de partículas com o mesmo aspeto visual depois de envelhecidas em estufa.

Os ensaios de desrevestimento com água em ebulição e consequente quantificação foram apenas realizados para os grupos cujo revestimento não foi comprometido, ou seja, para o grupo da esquerda (com mais ligante), cuja quantidade é substancialmente maior relativamente aos restantes grupos. No entanto, esses ensaios foram também realizados para os mastiques dos grupos da direita (aspeto baço), tendo-se observado que os mesmos não soltaram ligante, muito provavelmente por não o terem absorvido durante o processo de envelhecimento em estufa. Devido à limitação de quantidade de mistura disponível para esse efeito, foi apenas realizada uma interpolação entre pontos de desrevestimento imediatamente antes e imediatamente a seguir para determinar o exato

desrevestimento das misturas após água em ebulição. Ou seja, depois de realizar o ensaio de desrevestimento em água em ebulição estimou-se o nível de desrevestimento, sempre inferior a 10%, pelo que foram utilizadas as combinações 1 e 2 da Tabela 3.4 correspondendo a 0 e 10% de desrevestimento, respetivamente.

Na Figura 4.12 é possível observar a comparação entre o desrevestimento verificado para as misturas em que o ligante sofreu um envelhecimento de 25H e entre o envelhecimento realizado para as misturas soltas. De acordo com o fundamento teórico deste método seria expectável que o desrevestimento fosse semelhante.

Contudo, os desrevestimentos observados foram diferentes, mas sempre inferiores à primeira metodologia adotada. No caso do betume B2, a mistura solta tem um desrevestimento 3 vezes inferior relativamente à mistura cujo ligante foi envelhecido por 25 horas. Comparando de forma análoga as restantes formulações, o mastique de calcário B2F1 tem um desrevestimento de cerca de metade e o mastique de granito B2F2 apresenta um desrevestimento na mesma ordem de grandeza.

Verificam-se no entanto as mesmas tendências de o betume B2 ser menos resistente ao desrevestimento seguido do mastique de calcário B2F1 e do mastique de granito B2F2.

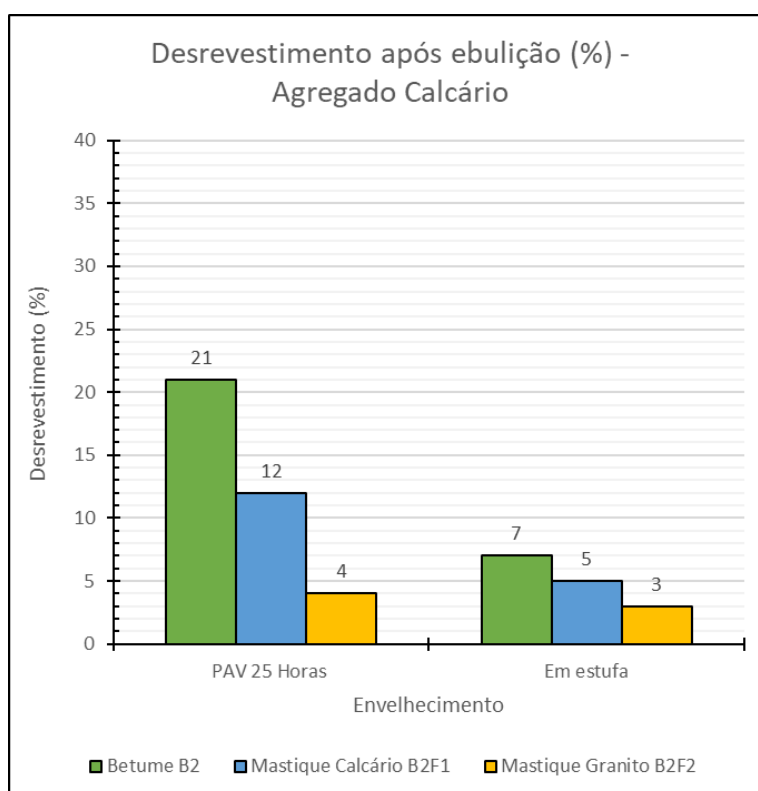


Figura 4.12 – Variação do desrevestimento de cada ligante após água em ebulição para envelhecimentos de 25 horas em PAV e realizado sob a forma de mistura solta (em estufa).

A Figura 4.13 apresenta a comparação entre os desrevestimentos iniciais e finais para as misturas realizadas com o agregado de granito.



Figura 4.13 - Comparação do revestimento inicial e desrevestimento após o ensaio de água em ebulição dos 3 ligantes cobrindo o agregado de granito.

Na Tabela 4.3 e na Tabela 4.4 é possível observar as diferenças entre os desrevestimentos em função do ligante e do envelhecimento, para os agregados de calcário e de granito, respetivamente.

É desde logo perceptível que no caso do agregado de calcário se registam valores inferiores de desrevestimento em relação ao agregado de granito. No primeiro caso, a maioria dos resultados são iguais ou inferiores a 40%, situando-se a maior parte destes nos 10% de desrevestimento. No segundo caso os desrevestimentos verificados são iguais ou superiores a 50%, situando-se a maior parte destes na ordem dos 60%.



No caso do agregado de calcário, verifica-se que o envelhecimento provoca um aumento do desrevestimento relativamente ao betume B2. Para os mastiques de calcário B2F1 e de granito B2F2, a maioria dos resultados situam-se na ordem dos 10% de desrevestimento, não sendo evidente o efeito que o envelhecimento tem no mesmo.

Tabela 4.3 - Variação do desrevestimento do agregado de calcário com o tempo de envelhecimento obtido por observação.

	Ligante	Envelhecimento (Horas)	Desrevestimento							
			85%	80%	70%	60%	50%	40%	20%	10%
Agregado Calcário	B2	0	-	-	-	-	-	-	-	100%
		25	-	5%	-	-	-	61%	33%	-
	B2F1	0	-	-	-	1%	-	1%	49%	49%
		25	-	-	-	-	3%	-	32%	66%
	B2F2	0	-	-	-	-	-	-	10%	90%
		25	-	-	-	-	-	1%	27%	72%

Relativamente ao agregado de granito, mais concretamente ao betume B2, verifica-se maioritariamente um desrevestimento na ordem dos 80% para ambos os envelhecimentos. O mastique de calcário B2F1 sofre um ligeiro aumento (10%) de desrevestimento quando envelhecido. No caso do mastique de granito B2F2 o envelhecimento não provoca nenhuma alteração no que ao desrevestimento diz respeito, sendo que os valores verificados se situam na ordem dos 60%.

Tabela 4.4 - Variação do desrevestimento do agregado de granito com o tempo de envelhecimento obtido por observação.

	Ligante	Envelhecimento (Horas)	Desrevestimento							
			85%	80%	70%	60%	50%	40%	20%	10%
Agregado Granito	B2	0	28%	66%	-	-	5%	-	-	-
		25	24%	71%	-	-	5%	-	-	-
	B2F1	0	-	11%	-	19%	70%	-	-	-
		25	9%	-	-	88%	-	-	-	3%
	B2F2	0	11%	-	9%	70%	-	-	10%	-
		25	17%	-	-	78%	-	-	5%	-

Relativamente ao valor do desrevestimento obtido por observação (Figura 4.8 e Tabela 4.3) e ao valor obtido através do método recorrendo a titulações (Figura 4.9) é possível concluir que não estão de acordo. Os primeiros resultados sugerem que o envelhecimento aumenta o desrevestimento, já os segundos revelam que o envelhecimento diminui o desrevestimento, sugerindo que tais tendências e afirmações não podem ser realizadas de forma assertiva. Se por um lado o envelhecimento tem como consequência o aumento do valor da temperatura de amolecimento (revelando por isso maior resistência ao efeito da temperatura), por outro revela-se mais frágil.

Uma teoria proposta é a de que o material não envelhecido (menos resistente ao aumento da temperatura) quando é removido da superfície do agregado não deixar no mesmo qualquer tipo de



material residual. O mesmo não acontecerá com o ligante envelhecido, que deixa uma película residual na superfície do agregado impedindo assim o ácido de entrar em contacto com o mesmo aquando do processo de titulação para posterior determinação da percentagem de desrevestimento. Tal facto pode ser observado na Figura 4.14, onde são apresentados os desrevestimentos para agregado de calcário cobertos com o ligante betume B2 0, 5 e 25H em conjunto com o mesmo agregado limpo, para que a comparação anteriormente referida seja mais clara e objetiva. É evidente que apesar de o desrevestimento ser crescente com o envelhecimento, a verdadeira exposição do calcário face ao ácido é decrescente nesse mesmo sentido.

Tal situação pode fazer com que uma partícula aparentemente mais desrevestida (mas coberta com uma película de ligante) resulte num valor de desrevestimento inferior relativamente a uma partícula aparentemente menos desrevestida (sem qualquer película de ligante na superfície do agregado). Desta forma, qualquer conclusão a ser retirada relativamente ao efeito do envelhecimento no desrevestimento deve ser feita de forma ponderada e racional, considerando todos fatores que possam estar inerentes aos mesmos.



Figura 4.14 - Comparação entre desrevestimentos do betume B2 (0, 5 e 25H) e agregado limpo.

#### 4.5 Tensão superficial

A Figura 4.15 apresenta a evolução da força registada em função do deslocamento (imersão) da lâmina, coberta de betume ou mastique, em água.

O facto de todas as curvas serem aproximadamente paralelas revela um comportamento semelhante para todas as formulações quando imersas em água.

Verifica-se que todas as curvas têm início e fim aproximadamente no mesmo valor de força (positivo), diferentes do local de partida. Contudo, apesar de a variação de força para o mesmo deslocamento ser aproximadamente igual entre todas as curvas, são os materiais envelhecidos que registam maiores valores negativos, com particular foco para o betume B2 25H que apresenta o mínimo valor de aproximadamente -5,5 mN, seguido do mastique de calcário B2F1 25H e mastique de granito B2F2 25H, estes 2 últimos com valores praticamente coincidentes. Por outro lado, é o betume B2 0H que apresenta os máximos valores positivos de força registada, seguido do betume B2 5H, do mastique de calcário B2F1 0H e do mastique de granito B2F2 0H, por ordem decrescente da máxima força registada.

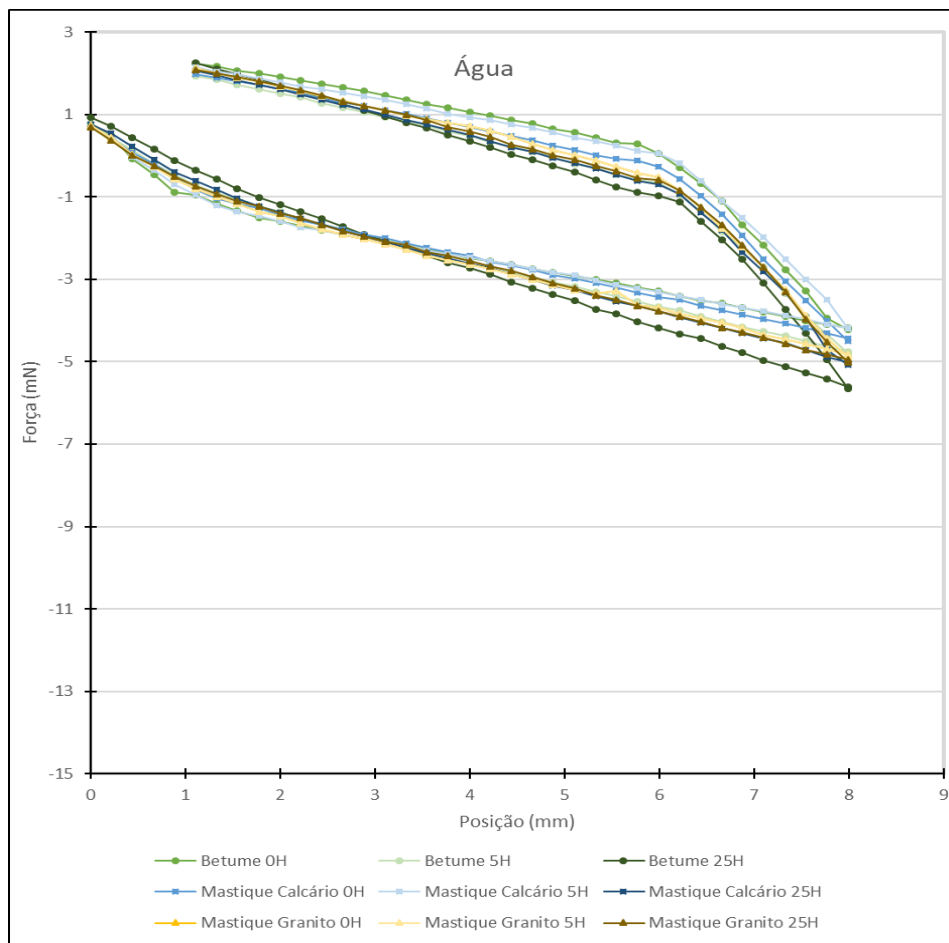


Figura 4.15 – Variação da força medida com o tempo de envelhecimento em função do deslocamento dos 3 ligantes quando imersas em água.

A Figura 4.16 apresenta os valores das forças registadas em função do deslocamento de todas as formulações de ligante criadas quando imersas em diiodometano.

Novamente, verifica-se o facto de todas as curvas serem aproximadamente paralelas, revela por isso um comportamento semelhante para todas os ligantes quando imersos em diiodometano.

Tal como na água, também as amostras envelhecidas registam os máximos valores negativos de força medida. Neste caso a amostra com o mínimo valor de força medida pertence ao mastique de calcário B2F1 25H registando aproximadamente -14,5 mN, que se afasta consideravelmente das outras duas amostras envelhecidas (betume B2 25H e mastique de granito B2F2 25H). Estas duas últimas amostras apresentam valores semelhantes, praticamente coincidentes. Por outro lado, a amostra que apresenta máximos valores positivos de força medida é o mastique de calcário B2F1 5H, seguido do betume B2 0H, do mastique de calcário B2F1 0H, do betume B2 5H e finalmente o mastique de granito B2F2 0H.

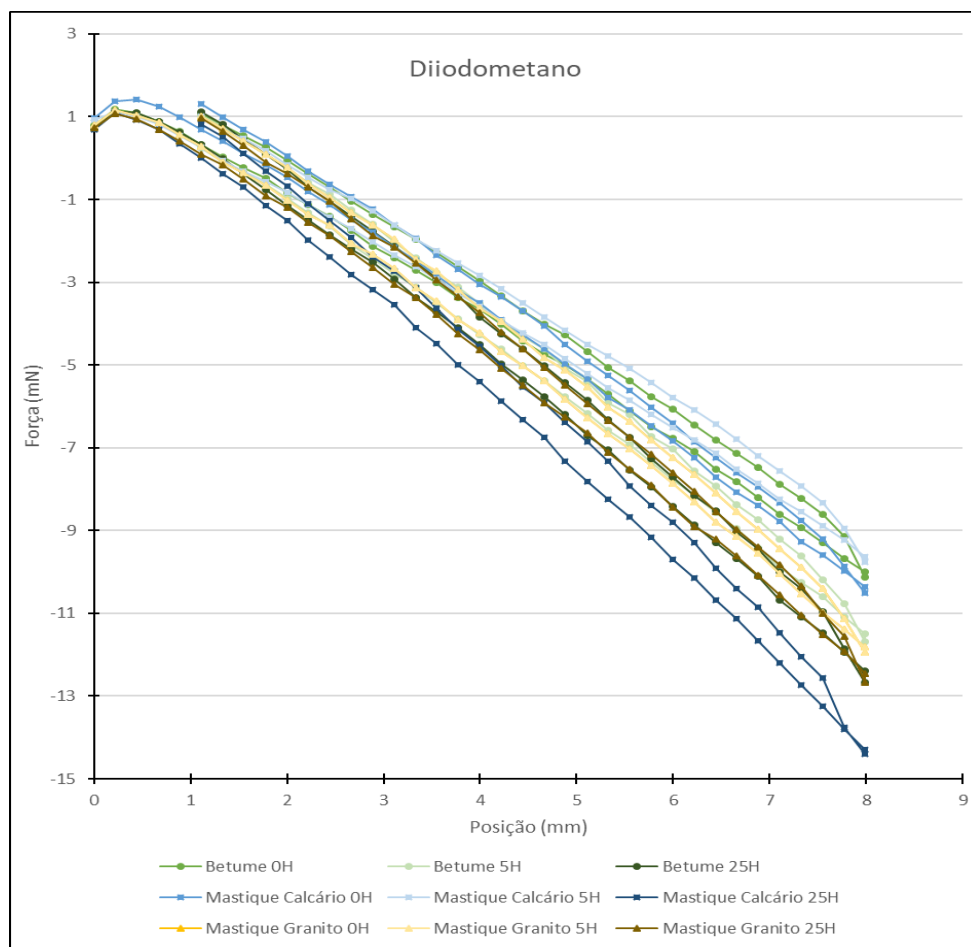


Figura 4.16 - Variação da força medida com o tempo de envelhecimento em função do deslocamento dos 3 ligantes quando imersas em diiodometano.

A Figura 4.17 e Figura 4.18 apresentam a força medida em função dos deslocamentos do betume B2 0H e mastique de calcário B2F1 25H, respetivamente, quando imersos nos vários líquidos de referência. É possível observar que para ambas as amostras os valores iniciais e finais de força medida são praticamente iguais, bem como a configuração das curvas, apresentando no entanto valores diferentes.

As curvas de ambas as amostras apresentam um comportamento bastante semelhante quando imersas em etilenoglicol. Quando imersas em água, glicerol ou diiodometano as curvas revelam um comportamento diferente, já que apresentam valores mais negativos no caso da amostra de mastique de calcário B2F1 25H.

No caso do diiodometano, verifica-se uma maior variação entre os valores extremos de forças registradas, substancialmente maior que os restantes líquidos de referência.

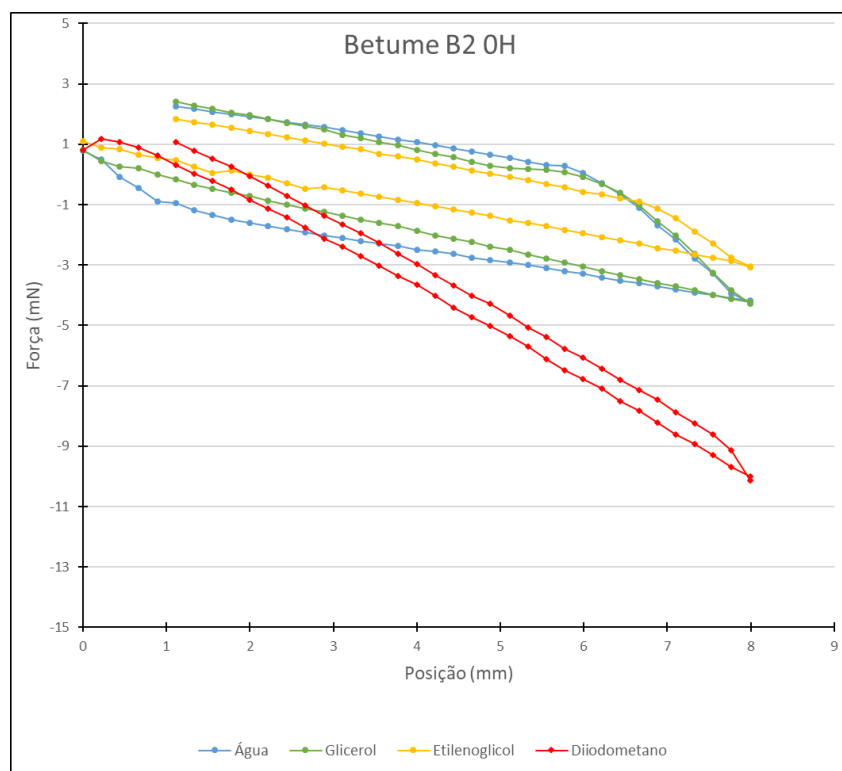


Figura 4.17 – Variação da força medida com o líquido de referência em função do deslocamento do betume B2 0H.

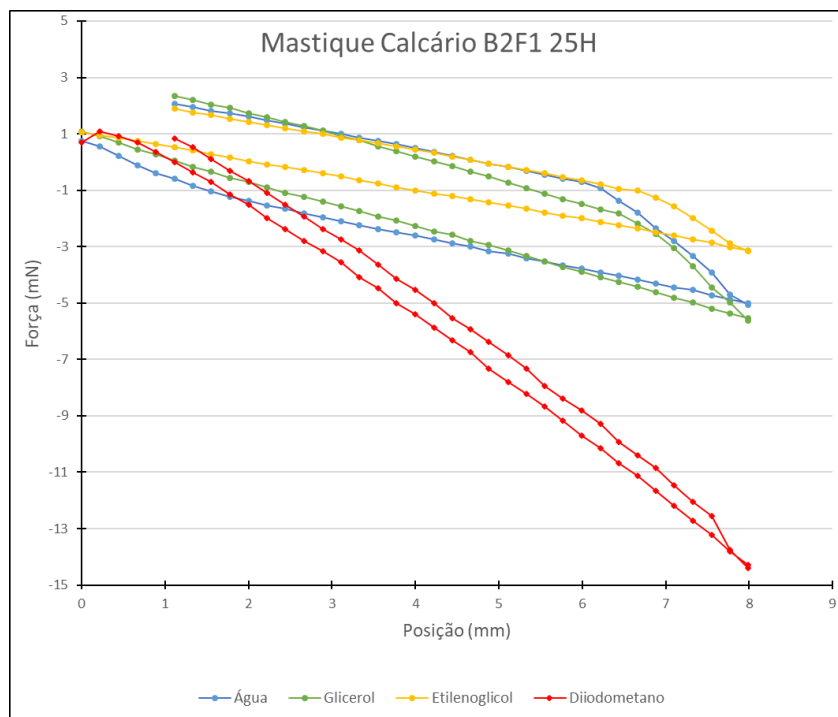


Figura 4.18 - Variação da força medida com o líquido de referência em função do deslocamento do mastique de calcário B2F1 25H.

A Figura 4.19 apresenta os ângulos de contacto para todos os ligantes em função do envelhecimento, utilizando água como líquido de referência.

No caso do envelhecimento de 0 horas, o betume B2 apresenta valores mais elevados seguido do mastique de calcário B2F1 e do mastique de granito B2F2. Tal tendência não se verifica para os períodos de envelhecimento de 5 e 25 horas. No entanto, nestes dois últimos períodos de envelhecimento verifica-se que o betume B2 apresenta os valores mais baixos seguido do mastique de granito e do mastique de calcário, por esta ordem.

Verifica-se que no caso do betume o envelhecimento se traduz na diminuição do ângulo de contacto. No caso de ambos os mastiques, o valor mais alto de ângulo de contacto verifica-se no período de envelhecimento de 5 horas seguido dos períodos de 0 e de 25 horas.

Estão também representados os desvios padrão relativos às três medições realizadas, sendo possível verificar que apresentam uma dispersão pouco considerável.

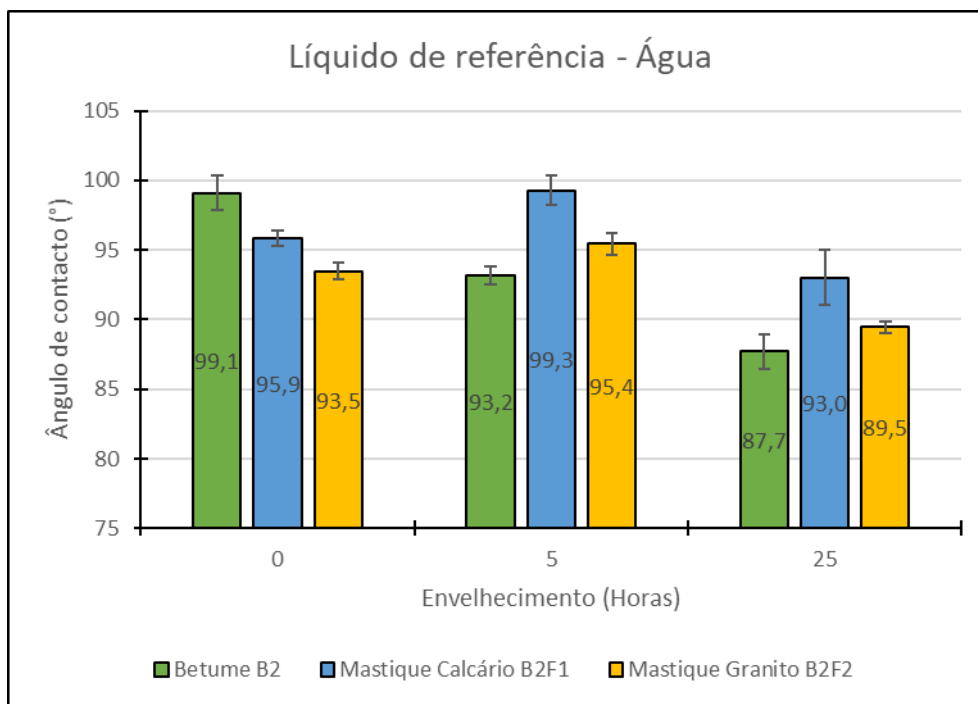


Figura 4.19 – Variação dos ângulos de contacto com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando água como líquido de referência.

A Figura 4.20 apresenta os ângulos de contacto para o betume B2 e para os mastiques de calcário B2F1 e de granito B2F2 em função do envelhecimento, utilizando glicerol como líquido de referência.

No caso do betume B2 não se verifica qualquer diferença entre o envelhecimento de 0 e 5 horas, diminuindo esse valor no caso do envelhecimento de 25 horas. O mastique de calcário B2F1, quando envelhecido 5 horas, sofre um ligeiro aumento do ângulo de contacto relativamente ao envelhecimento de 0 horas, diminuindo o valor quando o envelhecimento é de 25 horas, inferior ao período de 0 horas. No caso do mastique de granito B2F2 registaram-se valores bastante aproximados de ângulos de contacto, independentes do tempo de envelhecimento.

Para o envelhecimento de 0 horas, o betume B2 regista maior valor de ângulo de contacto seguido do mastique de calcário B2F1 e do mastique de granito B2F2. No caso do envelhecimento de 5 horas, o valor mais alto pertence ao mastique de calcário B2F1 seguido do betume B2 e do mastique de granito B2F2. Para o envelhecimento de 25 horas, os valores registados são inversos ao envelhecimento 0 horas, ou seja, o valor mais alto pertence ao mastique de granito B2F2 seguido do mastique de calcário B2F1 e do betume B2.

Os valores de desvio de padrão revelam pouca flutuação dos resultados.

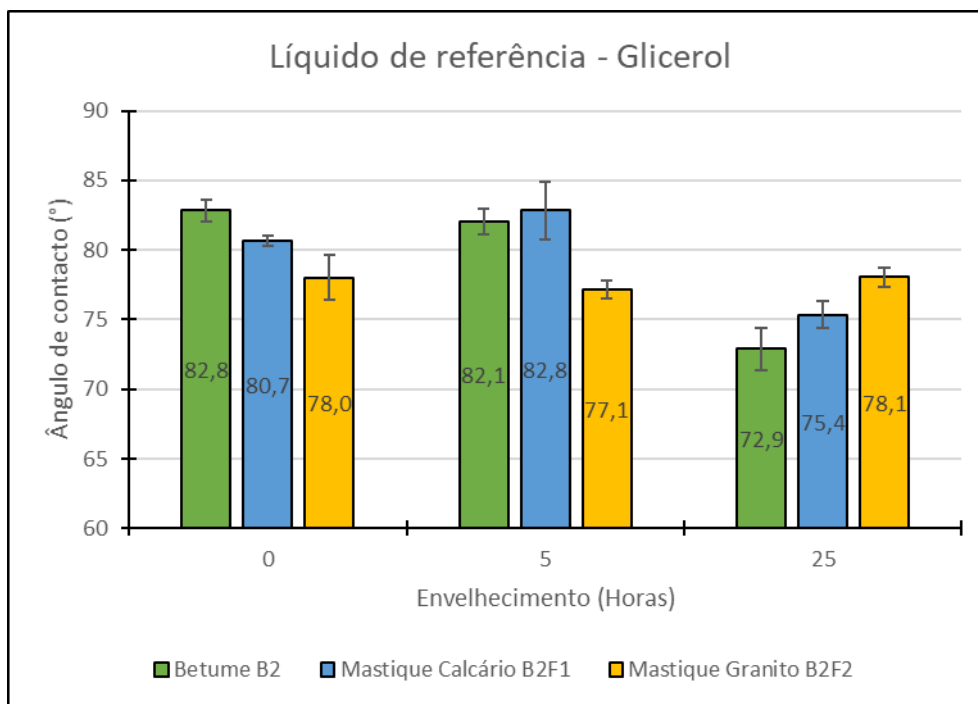


Figura 4.20 - Variação dos ângulos de contacto com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando glicerol como líquido de referência.

A Figura 4.21 apresenta os ângulos de contacto para todos os ligantes em função do envelhecimento, utilizando etilenoglicol como líquido de referência.

O ângulo de contacto do betume B2 tende a diminuir em função do envelhecimento. O mastique de calcário B2F1 tem valores semelhantes para envelhecimentos de 0 e 5 horas, decrescendo significativamente o valor quando envelhecido 25 horas. O mastique de granito B2F2 diminui ligeiramente quando envelhecido 5 horas, aumentando quando envelhecido 25 horas, este com valor superior relativamente ao envelhecimento de 0 horas.

Com 0 horas de envelhecimento, o betume B2 apresenta o maior ângulo de contacto, seguido do mastique de calcário B2F1 e do mastique de granito B2F2. Com 5 horas de envelhecimento, o maior valor obtido pertence ao mastique de calcário B2F1 seguido do betume B2 e do mastique de granito B2F2. Para o envelhecimento de 25 horas, o mastique de granito B2F2 apresenta valores substancialmente maiores, seguido do mastique de calcário B2F1 e do betume B2, estes últimos com valores bastante semelhantes.

O desvio padrão obtido revela uma pequena flutuação dos resultados obtidos.

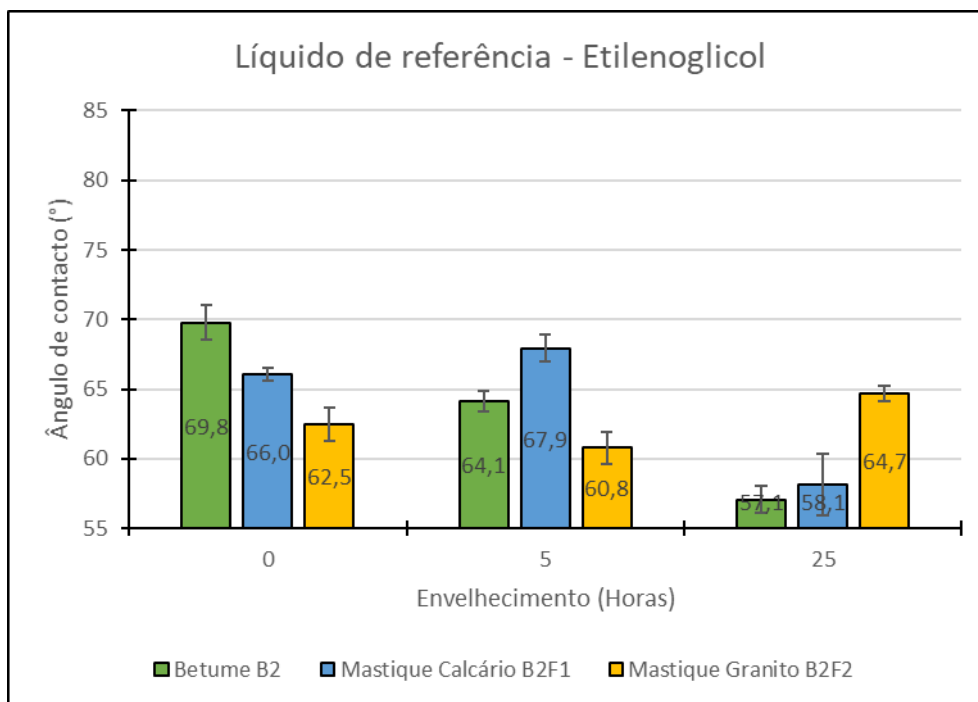


Figura 4.21 - Variação dos ângulos de contacto com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando etilenoglicol como líquido de referência.

A Figura 4.22 apresenta os ângulos de contacto para todos os ligantes em função do envelhecimento, utilizando diiodometano como líquido de referência.

Relativamente ao betume B2 verifica-se a diminuição do valor de ângulo de contacto em função do envelhecimento. No caso dos mastiques de calcário B2F1 e granito B2F2, quando envelhecidos 5 horas aumentam substancialmente o valor de ângulo de contacto, diminuindo depois em relação a estes últimos quando envelhecidos 25 horas, menor que o envelhecimento de 0 horas no caso do mastique de calcário B2F1 e maior no caso do mastique de granito B2F2 relativamente ao mesmo tempo de envelhecimento.

Para o período de envelhecimento de 0 horas, o betume B2 apresenta maior valor seguido dos mastiques de calcário B2F1 e de granito B2F2. Quando envelhecidos 5 horas, o mastique de calcário B2F1 apresenta maior valor seguido do mastique de granito B2F2 e do betume B2. Quando envelhecido 25 horas o betume B2 apresenta um valor ligeiramente maior que o mastique de granito B2F2 seguido do mastique de calcário B2F1, substancialmente inferior a estes últimos.

Observou-se uma dispersão considerável no que aos valores obtidos diz respeito, fazendo deste fluido o menos constante comparativamente aos outros três.



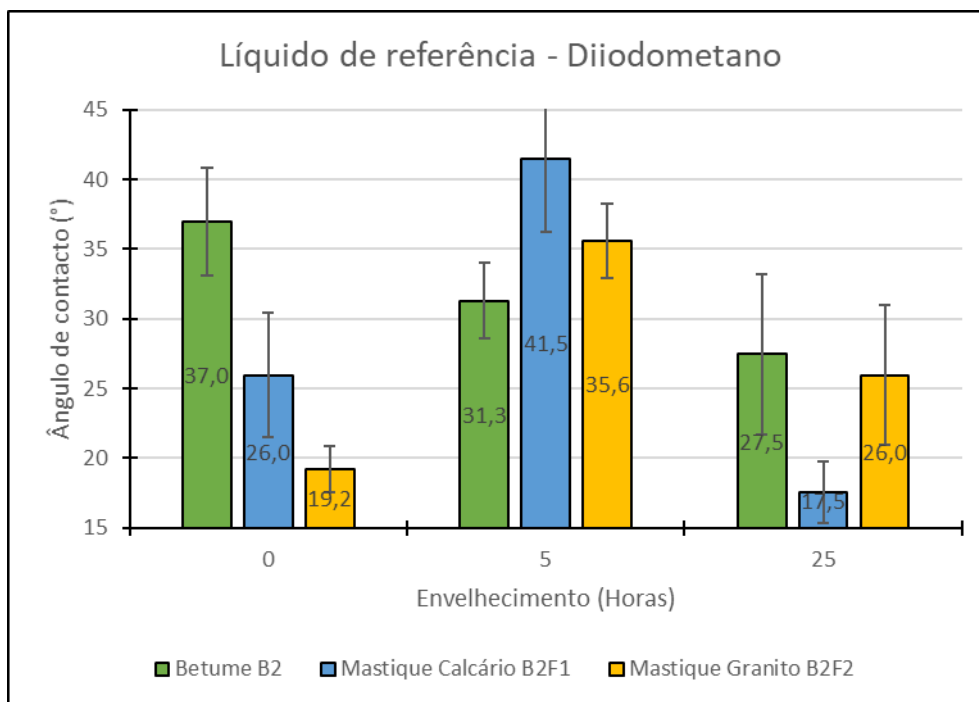


Figura 4.22 - Variação dos ângulos de contacto com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando diiodometano como líquido de referência.

Os valores de energia de superfície livre, ou tensão superficial, são apresentados na Figura 4.23 de acordo com a teoria Ácido-Base.

Para o betume B2, o valor de energia tende em aumentar em função do envelhecimento. No caso do mastique de calcário B2F1 são quase iguais os valores para um envelhecimento de 0 e de 5 horas, aumentando consideravelmente quando envelhecido 25 horas. Para o mastique de granito B2F2 a tendência verificada é a inversa ao betume B2 ou seja, o envelhecimento tende em diminuir o valor da energia.

É possível observar que, para um envelhecimento de 0 horas, o mastique de granito B2F2 apresenta o maior valor seguido do mastique de calcário B2F1 e do betume B2, estes dois últimos com valores bastante semelhantes. Para o envelhecimento de 5 horas os valores obtidos são bastante próximos uns dos outros. No entanto, o mastique de granito B2F2 apresenta o maior valor seguido do betume B2 e do mastique de calcário B2F1. Para o envelhecimento de 25 horas o mastique de calcário B2F1 apresenta o maior valor seguido do betume B2 e do mastique de granito B2F2.

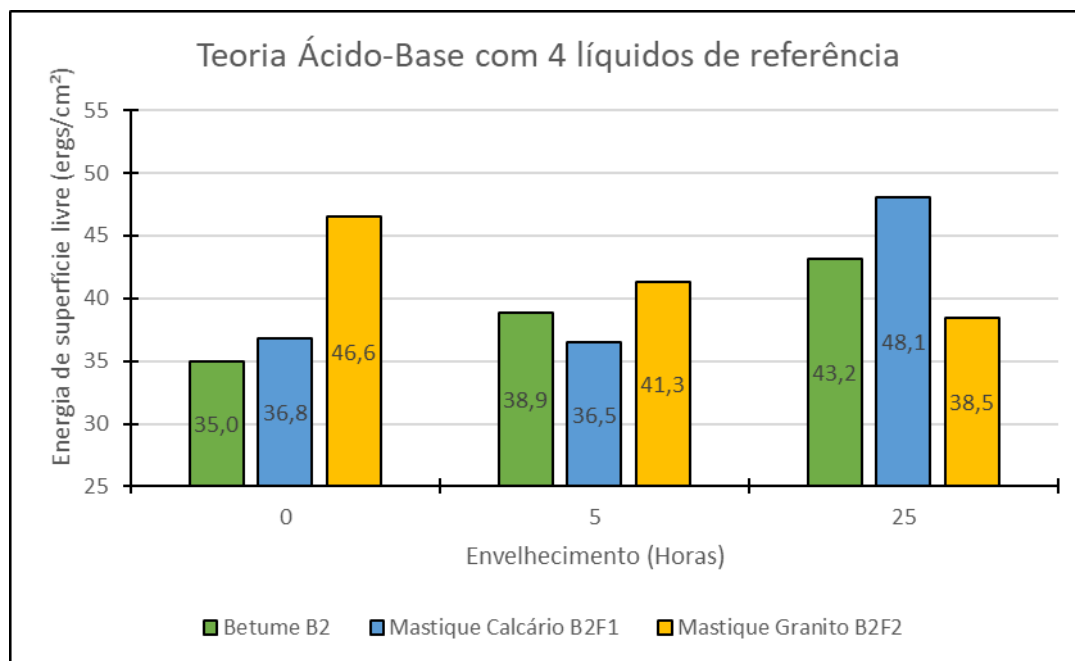


Figura 4.23 – Variação da energia de superfície livre com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando a teoria ácido-base.

A mesma grandeza é também apresentada na Figura 4.24 de acordo com a teoria dos 2 componentes.

Para o betume B2, a tendência consiste no aumento do valor da energia com o envelhecimento. No caso dos mastique de calcário B2F1 e de granito B2F2 os valores diminuem quando envelhecidos 5 horas, aumentando relativamente a estes últimos quando envelhecidos 25 horas para um valor maior e menor comparativamente ao envelhecimento de 0 horas no caso do mastique de calcário B2F1 e de granito B2F2, respetivamente.

Com um envelhecimento de 0 horas o mastique de granito B2F2 apresenta o maior valor seguido do mastique de calcário B2F1 e do betume B2. Quando envelhecidos 5 horas o mastique de granito B2F2 apresenta novamente o valor mais elevado, seguido do betume B2 e do mastique de calcário B2F1. Para o envelhecimento de 25 horas o valor mais elevado pertence ao mastique de calcário B2F1 seguido do mastique de granito B2F2 e do betume B2, ambos com valores praticamente iguais.

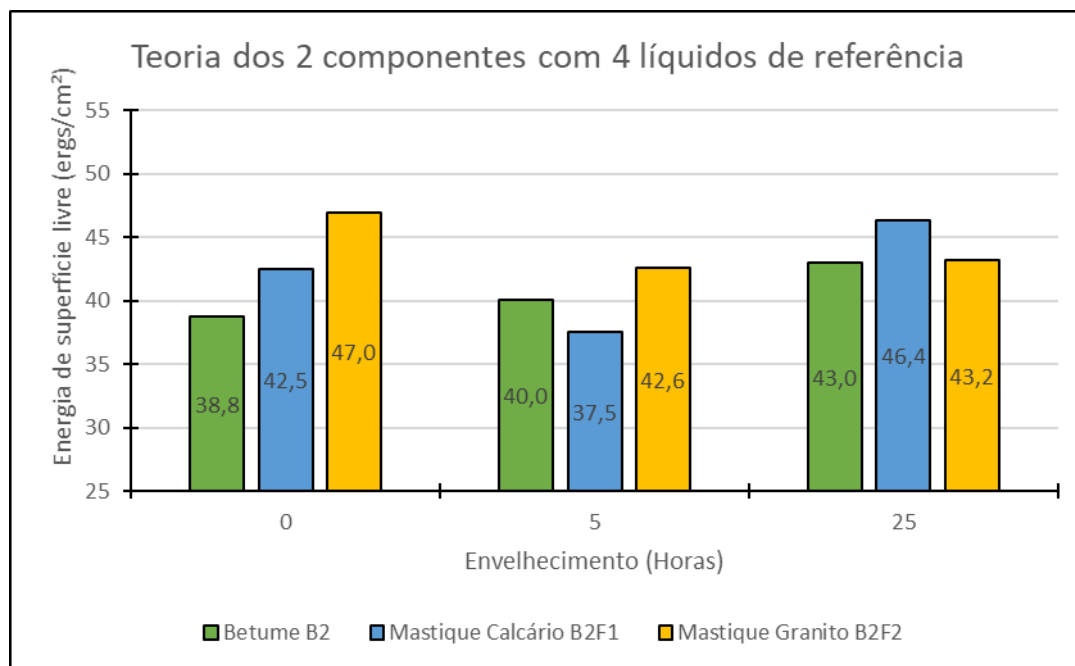


Figura 4.24 - Variação da energia de superfície livre com o tempo de envelhecimento para os 3 ligantes utilizando a teoria.

Considerando as duas teorias, observam-se as mesmas tendências com valores relativamente aproximados. Exceção para o mastique de calcário B2F1 0H e mastique de granito B2F2 25H, cujos valores são consideravelmente maiores no caso da teoria dos 2 componentes.

É também possível observar que apesar de semelhantes em alguns casos, os valores para a teoria dos 2 componentes são maiores relativamente aos valores obtidos na teoria de ácido-base, com exceção para o betume B2 25H e o mastique de calcário B2F1 25H. No caso do primeiro, apresenta um valor superior numa grandeza decimal, sendo substancialmente superior no segundo caso.

Na Figura 4.25 e na Figura 4.26 encontram-se os valores relativos ao trabalho necessário para quebrar a ligação adesiva entre o ligante betuminoso e o agregado com vários tempos de envelhecimento e de exposição (seca ou molhada).

Em ambos os gráficos é possível diferenciar as condições secas das condições molhadas através do valor absoluto dos valores obtidos. Ou seja, todos os valores positivos são relativos a condições secas e todos os valores negativos são relativos a condições molhadas, permitindo desde logo verificar que a presença de água afeta substancialmente a adesão entre o ligante e o agregado, independentemente do ligante, do envelhecimento ou do tipo de agregado.

É também imediatamente visível a diferença entre os valores relativos ao agregado de calcário e de granito em condições molhadas. Os valores do granito são superiores em dobro relativamente ao

agregado calcário, permitindo concluir que a presença de água se faz sentir mais no granito do que no calcário.

Relativamente aos valores em condições secas, observa-se que os valores obtidos se situam na mesma ordem de grandeza independentemente do ligante, do envelhecimento ou do tipo de agregado, com exceção do mastic de calcário B2F1 25H em conjunto com o agregado de granito, cujo valor é substancialmente inferior aos demais.

Em condições secas, no caso do betume B2 verifica-se que a tendência é o valor do trabalho necessário para quebrar as ligações adesivas aumentar em função do envelhecimento, tanto para o agregado de calcário como para o agregado de granito, indicando que para este caso o envelhecimento favorece a adesão ligante-agregado. O mastic de calcário B2F1, para as situações de 0 e 5H, apresenta valores na mesma ordem de grandeza para os dois tipos de agregado, aumentando ligeiramente esse valor no caso do agregado calcário e diminuindo consideravelmente no caso do agregado de granito, ambos relativos ao envelhecimento de 25 horas. No caso do mastic de granito B2F2, a tendência é a mesma para o caso do agregado de calcário e de granito, sendo os valores bastante semelhantes para os envelhecimentos de 0 e 5H diminuindo ligeiramente relativamente ao envelhecimento de 25H.

Em condições molhadas verifica-se que o betume B2 apresenta valores da mesma ordem de grandeza independentemente do envelhecimento no caso do agregado de calcário e valores em ligeiro decréscimo em função do envelhecimento no caso do agregado de granito. O mastic de calcário B2F1 apresenta a mesma tendência comparando os dois tipos de agregado, apresentando no entanto valores diferentes. Verificam-se que os valores tendem a ser menos negativos em função do envelhecimento. No caso do mastic de granito B2F2 verifica-se a mesma tendência para os dois agregados. Os períodos de envelhecimento de 0 e 5H apresentam valores semelhantes para os respectivos agregados, tendendo esse valor a ser mais negativo com o envelhecimento de 25H.

Relativamente ao comportamento dos ligantes em função do período de envelhecimento, em condições secas, observa-se que tanto para o período de 0H como para o período de 5H, a tendência é de o mastic de granito B2F2 apresentar valores mais elevados seguido do mastic de calcário B2F1 e do betume B2 para ambos os agregados. Para o período de 5H, o mastic de granito B2F2 volta a apresentar valores mais elevados seguido do betume B2 e do mastic de calcário B2F1, em ambos os agregados. Para o período de envelhecimento de 25H, o mastic de calcário B2F1 apresenta um valor ligeiramente superior ao betume B2 seguido do mastic de granito B2F2 no caso do agregado de calcário. Para o agregado de granito relativamente ao mesmo período de envelhecimento, o betume B2 apresenta o valor mais elevado seguido do mastic de granito B2F2, ligeiramente inferior, seguido do mastic de calcário B2F1, consideravelmente inferior aos restantes.

Em condições molhadas, verifica-se a mesma tendência para ambos os agregados independentemente do envelhecimento, ainda que com valores diferentes comparando as mesmas situações, como já

referido anteriormente. Para o período de envelhecimento de 0 horas, o mastique de calcário B2F1 apresenta os valores mais negativos seguido do betume B2, ligeiramente menos negativo e do mastique de granito B2F2. No caso do envelhecimento de 5 horas, o betume B2 apresenta o valor mais negativo seguido dos mastiques de calcário e de granito B2F1 e B2F2, respectivamente. Finalmente, para o período de envelhecimento de 25 horas, o betume B2 apresenta o valor mais negativo seguido do mastique de granito B2F2, ligeiramente menos negativo, e do mastique de calcário B2F1.

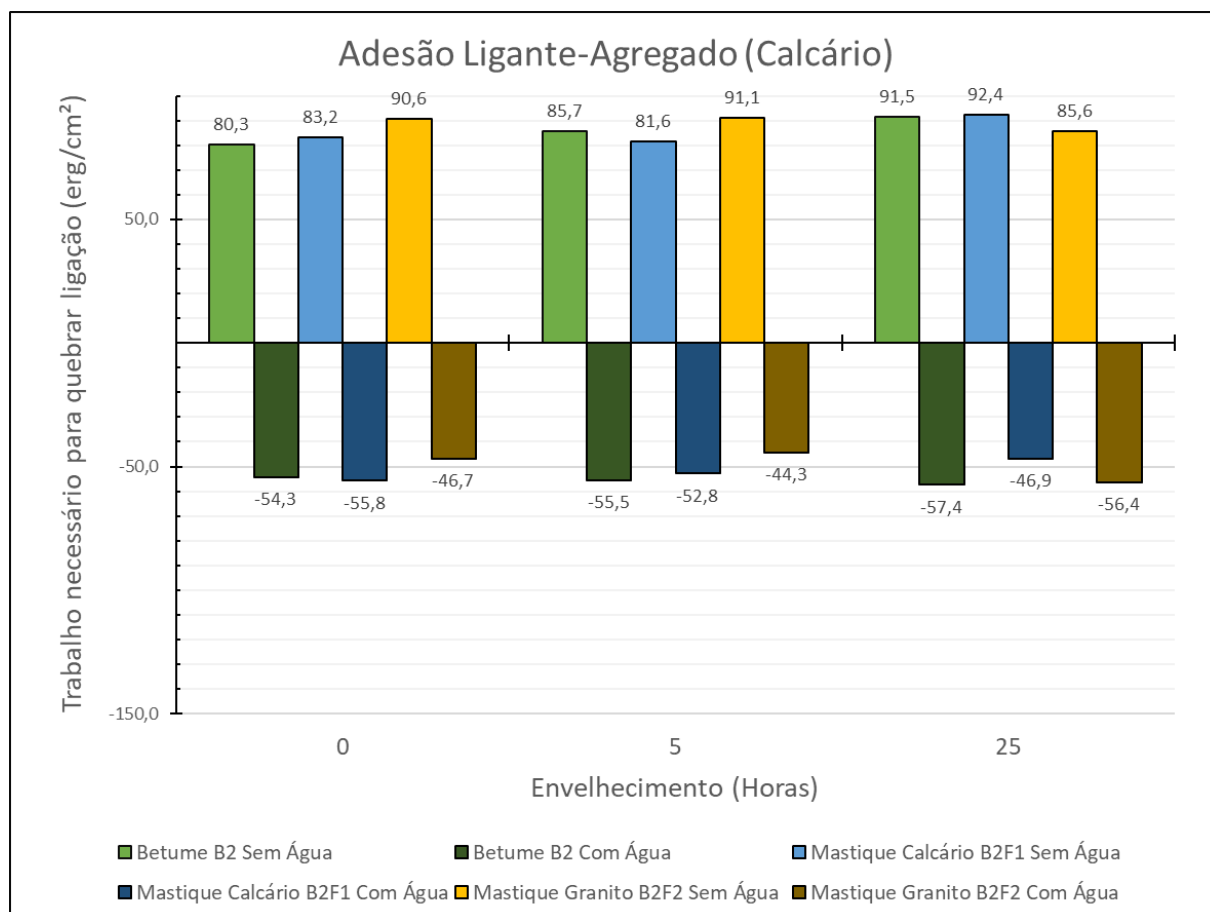


Figura 4.25 - Variação do trabalho necessário para quebrar ligação adesiva para as bases de calcário em função do ligante, do envelhecimento e da exposição (seco ou molhado).

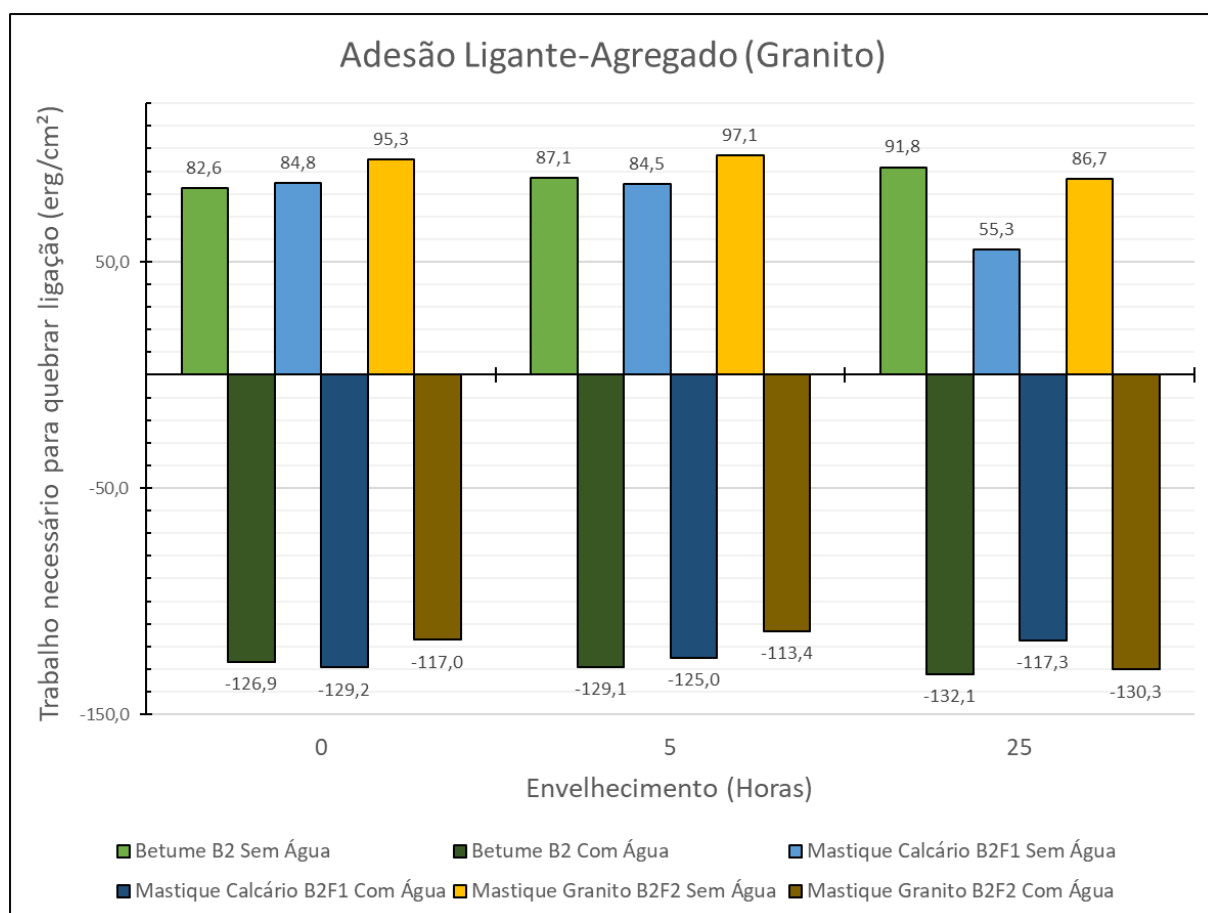


Figura 4.26 – Variação do trabalho necessário para quebrar ligação adesiva para as bases de granito em função do ligante, do envelhecimento e da exposição (seco ou molhado).

## 5 Considerações finais

### 5.1 Conclusões

O principal objetivo proposto para este trabalho foi estudar a influência do filer e do envelhecimento na ligação entre o ligante betuminoso e o agregado, em condições secas e molhadas.

A metodologia desenvolvida consistiu no estudo de três ligantes, sendo um betume de pavimentação 50/70 e dois mastiques produzidos através da adição de filer de calcário e de granito ao mesmo betume. Foram simulados os envelhecimentos de curto e longo prazo através do condicionamento dos ligantes no Pressure Ageing Vessel (PAV), a 100 °C e 2.1 MPa, durante 5h e 25h, respetivamente. Posteriormente os ligantes foram caracterizados através dos métodos experimentais anteriormente referidos, bem como os ligantes em estado imaculado ou seja, não envelhecidos, a fim de perceber a influencia do filer em função do tipo de ligante, do envelhecimento e da exposição (seca ou molhada).

A caracterização das amostras permitiu chegar às seguintes conclusões:

- As bases de pedra de calcário apresentam uma porosidade e teor de massa em água 9 vezes superior às bases de granito;
- O filer tem um efeito endurecedor no betume, e os mastiques são menos sensíveis que o betume ao envelhecimento, comprovado através dos ensaios de Penetração com Agulha e TA realizados de acordo com a EN 1426:2015 (CEN, 2015) e EN1427:2015 (CEN, 2015), respetivamente;
- Conclui-se que o betume B2 quando submerso em água apresenta valores de tensões inferiores relativamente à condição seca, independentemente do envelhecimento e da base de pedra na qual é aplicado. Os mastiques de calcário B2F1 e de granito B2F2 apresentam a mesma tendência apenas quando aplicadas nas bases de calcário. No caso de serem aplicados nas bases de granito, os valores das tensões obtidas tendem em aumentar quando submersos em água, independentemente do envelhecimento. O envelhecimento dos ligantes provoca sempre um aumento das tensões registadas, independentemente da exposição e da base de pedra na qual são aplicadas;
- No ensaio de desrevestimento com água em ebulição, concluiu-se que o envelhecimento do ligante resulta em maiores valores de desrevestimento. Ainda que a análise dos resultados que motivaram esta conclusão sejam algo contraditórios, acredita-se que o método de análise visual se sobrepõe ao ensaio que permite a quantificação percentual do desrevestimento por

titulações, devido ao facto de as condições após ebulição em água não serem as mesmas para o ligante não envelhecido e envelhecido;

- Ainda sobre o ensaio anteriormente referido, conclui-se que o agregado de granito apresenta um desrevestimento consideravelmente superior relativamente ao agregado de calcário quando submetido a água em ebulição;
- Relativamente ao ensaio para determinação da energia de superfície livre, ou tensão superficial, conclui-se que a presença de água diminui as propriedades adesivas do ligante betuminoso, traduzindo-se na redução substancial do valor do trabalho necessário para quebrar essa mesma ligação adesiva. Observou-se também que em condições secas o agregado de granito apresenta uma ligeira melhor adesão (pouco substancial) relativamente ao agregado de calcário. Contudo, a presença de água tem maior impacto nas propriedades adesivas quando é utilizado granito em relação ao calcário. No caso do betume B2 verifica-se a tendência de o envelhecimento melhorar as propriedades adesivas em condições secas e de piorar na presença de água, para ambos os agregados. Em relação aos mastiques de calcário B2F1 e de granito B2F2 não se observa uma tendência geral, variando os valores em função do envelhecimento ou agregado.

O programa experimental adotado permitiu chegar às seguintes conclusões:

- Quando uma amostra de mastique é armazenada e posteriormente aquecida para preparação dos ensaios experimentais, há uma grande deposição de filer no fundo do recipiente onde o mesmo é guardado, pelo que carece de ser mexido com recurso a uma vareta no caso de tratar-se de um recipiente pequeno ou por meio mecânico no caso de se tratar de um recipiente grande;
- Foi observado que no processo de recolha da amostra envelhecida dos pratos do PAV, realizada de acordo com a EN 14769:2012 (CEN, 2012), havia uma grande deposição de filer no fundo do mesmo, levando a concluir que o processo de envelhecimento no PAV conduz a uma deposição do material mais denso no fundo dos pratos;
- Na realização do ensaio de aderência por tração verificou-se uma grande dispersão nos resultados para a mesma amostra, sendo prova disso os desvios de padrão relativamente elevados calculados para cada amostra;
- Na realização da mistura do agregado com o ligante betuminoso verificou-se uma significativa maior trabalhabilidade no betume relativamente aos mastiques o que significa maior facilidade em cobrir completamente o agregado. Salienta-se especialmente a baixa trabalhabilidade do mastique de granito, levando a um maior esforço para cobrir completamente o agregado;



- Concluiu-se que o método adotado para o envelhecimento sob a forma de mistura solta é diferente relativamente ao método que consiste em envelhecer primeiro o ligante e realizar a mistura com agregado calcário posteriormente. Os resultados sugerem que o agregado de calcário pode ter uma contribuição significativa no envelhecimento da mistura betuminosa;
- A preparação dos reagentes (ácido e base) relativas ao ensaio de afinidade entre o ligante e o agregado não é de fácil execução como a norma EN12697-11 (CEN, 2012) sugere. A grande dificuldade prendeu-se com o facto de o Hidróxido de Sódio (NaOH) ser uma solução bastante reativa e instável, pelo que houve a necessidade de investigar o melhor método para execução deste procedimento experimental;
- Ainda sobre a realização do procedimento experimental anteriormente referido, verificaram-se dificuldades na determinação do ponto de neutralidade da solução inicialmente ácida aquando da realização da respetiva titulação. Tal acontecimento verificou-se nas titulações utilizando o ácido proveniente da lavagem de amostras com uma grande quantidade de agregado calcário desrevestido pois, durante o processo de titulação, a solução deixou de ser incolor e adquiriu cor esbranquiçada, dificultando assim a deteção do exato ponto de neutralidade da solução;
- A determinação do desrevestimento de forma visual, como a norma EN12697-11 (CEN, 2012) sugere, apresenta uma grande relatividade no que à interpretação dos resultados diz respeito, pelo que apresenta pouca fiabilidade;
- Durante o ensaio para determinação da tensão superficial observou-se que a inclinação das retas no gráfico Força Vs. Deslocamento é tanto maior quanto maior é a densidade do líquido de referência. Observou-se também que a velocidade a que o ensaio é realizado altera apenas a quantidade de pontos obtidos, não alterando a configuração dos gráficos nem os valores obtidos através dos mesmos (ângulos de contacto). Por fim, observou-se que uma lâmina reutilizada no mesmo fluído dá origem a gráficos diferentes, com configuração sensivelmente paralelas, fundamentando assim a necessidade de as lâminas cobertas com betume/mastique serem de carácter descartável após serem utilizadas.

## 5.2 Desenvolvimentos futuros

De maneira a tentar perceber de forma mais assertiva o contributo do filer nos mecanismos de coesão e adesão das misturas betuminosas na presença de água, sugerem-se os seguintes desenvolvimentos em estudos futuros:

- Realizar o aquecimento dos lotes contendo o ligante betuminoso a temperaturas mais elevadas ou mais baixas relativamente às temperaturas utilizadas aquando da preparação de amostras ou ensaios experimentais para perceber a influência que as mesmas têm nos resultados finais;
- Utilizar diferentes concentrações volumétricas de filler na preparação de mastiques por forma a perceber a influência que as mesmas têm nos resultados finais;
- Simular o envelhecimento a curto prazo no RTFOT em alternativa ao envelhecimento simulado no PAV para confirmar se tal adaptação inicialmente sugerida dá origem a resultados experimentais diferentes;
- Utilização de diferentes betumes, fileres, bases de pedra e agregados por forma a perceber o comportamento de diferentes materiais sujeitos às mesmas condições experimentais;
- Variar os tempos de imersão em água, a temperatura e a humidade relativa aquando da realização do ensaio de aderência por tração (Pull-Off).

## Bibliografia

- Adamson, A., & Gast, A. (1997). *"Physical Chemistry of Surfaces"* (6th ed.). John Wiley & sons, inc.
- Ahmad, N. (2011). *"Asphalt Mixtute Moisture Sensitivity Evaluation using Surface Energy Parameters."* The University of Nottingham.
- Airey, G. D. (2003a). "Rheological properties of styrene butadiene styrene polymer modified road bitumens." *Fuel*, 82, 1709–1719.
- Airey, G. D. (2003b). "State of the Art Report on Ageing Test Methods for Bituminous Pavement Materials State of the Art Report on Ageing Test Methods for Bituminous Pavement Materials." *The International Journal of Pavement Engineering*, 4, 165–176.
- Asphalt Institute. (2015). *"A Global Perspective: Production, Chemistry, Use, Specification and Occupational Exposure"* (3rd ed.). Brussels: Asphalt Institute & Eurobitume.
- Bhasin, A. (2006). *"Development of methods to quantify bitumen-aggregate adhesion and loss of adhesion due to water."* Texas A&M University.
- Bhasin, A., & Little, D. (2008). *"Using Surface Energy Measurements to Select Materials for Asphalt Pavement."*
- Buncher, M., & Anderson, M. (2014). *"Asphalt Mix Design Methods"* (7th ed.). Asphalt Institute.
- Canestrari, F., Graziani, A., & Santagata, F. A. (1990). Adhesive and Cohesive Properties of Asphalt-Aggregate Systems Subjected to Moisture Damage.
- CEN. (2011). "Bitumen and bituminous binders - Specifications for paving grade binders." Brussels: European Committee for Standardization.
- CEN. (2012a). "Bitumen and bituminous binders - Accelerated long-term ageing conditioning by a Pressure Ageing Vessel (PAV)." Brussels: European Committee for Standardization.
- CEN. (2012b). "Bitumen mixtures - Test methods for hot mix asphalt - Part 11: Determination of the affinity between aggregate and bitumen." Brussels: European Committee for Standardization.
- CEN. (2013). "Tests for mechanical and physical properties of aggregates - Part 6: Determination of particle density and water absorption." Brussels: European Committee for Standardization.
- CEN. (2014a). "Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under influence of heat and air - Part 1: RTFOT method." Brussels: European Committee for Standardization.
- CEN. (2014b). "Bitumen and bituminous binders - Preparation of test samples." Brussels: European Committee for Standardization.
- CEN. (2015a). "Bitumen and bituminous binders - Determination of needle penetration." Brussels: European Committee for Standardization.
- CEN. (2015b). "Bitumen and bituminous binders - Determination of the softening point - Ring and Ball method." Brussels: European Committee for Standardization.
- Cindy, C., Lopes, P., Costa, M., Fallaa, G. C., Leischner, S., & Micaelo, R. (2018). "Avaliação do Efeito do Filer no Envelhecimento do Betume." In *CRP*. Universidade Nova de Lisboa.
- Curtis, C. W. (1992). "Investigation of Asphalt-Aggregate Interaction in Asphalt Pavements." *Am. Chem.*

- Dondi, G., Mazzotta, F., Simone, A., Vignali, V., Sangiorgi, C., & Lantieri, C. (2016). "Evaluation of different short term aging procedures with neat , warm and modified binders." *Construction and Building Materials*, 106, 282–289.
- Hicks, R. (1991). "Moisture Damage in Asphalt Concrete." Transportation Research Board.
- Kiggundu, B., & Roberts, F. (1988). "Stripping in HMA asphalt: state of the art and critical review of test methods."
- Liao, M.-C. (2007). "Small and Large Strain Rheological and Fatigue Characterisation of Bitumen-Filler Mastics." The University of Nottingham.
- Liu, Y., Apeagyei, A., Ahmad, N., Grenfell, J., & Airey, G. (2014). "Examination of moisture sensitivity of aggregate – bitumen bonding strength using loose asphalt mixture and physico-chemical surface energy property tests." *International Journal of Pavement Engineering*, 15.
- Makowska, M., & Pellinen, T. (2015). "Etchable iron content ( FETCH ) proposed as the missing parameter for the better prediction of asphalt mastic stiffening." *Construction and Building Materials*, 93, 528–541.
- McGennis, R., Kennedy, T., & Machemehl, R. (1984). "Stripping and moisture damage in asphalt mixtures."
- Moraes, R. (2014). "Investigation of Mineral Filler Effects on the Ageing Process of Asphalt Mastics." The University of Wisconsin.
- Moraes, R., Velasquez, R., & Bahia, H. (2010). "Measuring Effect of Moisture on Asphalt-Aggregate Bond with the Bitumen Bond Strength Test." *Transportation Research Board*, 22.
- Partl, M., Bahia, H., Canestrari, F., Roche, C., Benedetto, H., Piber, H., & Sybilski, D. (2013). "Advances in Interlaboratory Testing and Evaluation of Bituminous Materials." RILEM.
- Pasandín, A., & Pérez, I. (2015). "The influence of the mineral filler on the adhesion between aggregates and bitumen." *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 58, 53–58.
- Pavement Interactive - Stripping. (2019). Retrieved August 12, 2019, from <https://www.pavementinteractive.org/reference-desk/pavement-management/pavement-distresses/stripping/>
- Petersen, C. (1984). "Chemical Composition of Asphalt as Related to Asphalt Durability : State of the Art." *Transportation Research Record*, 13–30.
- Read, J., & Whiteoak, D. (2003). "The Shell Bitumen Handbook" (6th ed.). London: ICE Publishing.
- Ribeiro, H. (2005). "Caracterização do mastique betuminoso e da ligação agregado-mastique : contribuição para o estudo do comportamento das misturas betuminosas." Universidade do Minho.
- Roberts, F., Kendhal, P., Brown, R., Lee, D.-Y., & Kennedy, T. (1996). "Hot Mix Asphalt Materials, Mixture Design and Construction" (2nd ed.). National Asphalt Pavement Association Research and Education Foundation.
- Tabatabaee, H. A., & Bahia, H. U. (2012). "Life Cycle Energy and Cost Assessment Method for Modified Asphalt Pavements." *The Procedia - Social and Behavioral Sciences*, 54, 1220–1231.
- Task, S., & Finn, F. N. (1990). "Asphalt Properties and Relationship to Pavement Performance." *Strategic Highway Research Program*.

- Tauste, R., Moreno-Navarro, F., Sol-Sánchez, M., & Rubio-Gámez, M. C. (2018). "Understanding the bitumen ageing phenomenon : A review." *Construction and Building Materials*, 192, 593–609.
- Taylor, M. A., & Khosla, N. P. (1954). "Stripping of Asphalt Pavements : State of the Art." *Transportation Research Record*, 150–158.
- Teixeira, A. . (2015). "*Avaliação do Impacto de Diferentes Fíleres no Desempenho das Misturas Betuminosas*." Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.
- WU, J., & Airey, G. (2011). "The Influence of Mineral Fillers on Mastic Ageing Properties." In *Conference of Chinese Transportation Professionals (ICCTP)* (Vol. 2, pp. 3450–3461).
- Zhang, J., Airey, G. D., & Grenfell, J. R. A. (2016). "Experimental evaluation of cohesive and adhesive bond strength and fracture energy of bitumen-aggregate systems." *Materials and Structures*, 49(7), 2653–2667.



## **Anexos**





## Anexo A – Ensaio de Aderência por tração (Pull-Off)

Proposta de procedimento para ensaio experimental de aderência por tração (Pull-Off) para determinação da tensão de cedência bem como o tipo de rotura.

1. Inicialmente são preparadas as bases de pedra sobre as quais serão aplicados os ligantes betuminosos. Uma loja de pedras locais forneceu 8 bases de pedra de calcário e 8 bases de pedra de granito, com medidas de 20 cm de comprimento, 5 cm de largura e 1 cm de espessura como se pode observar na Figura A1;

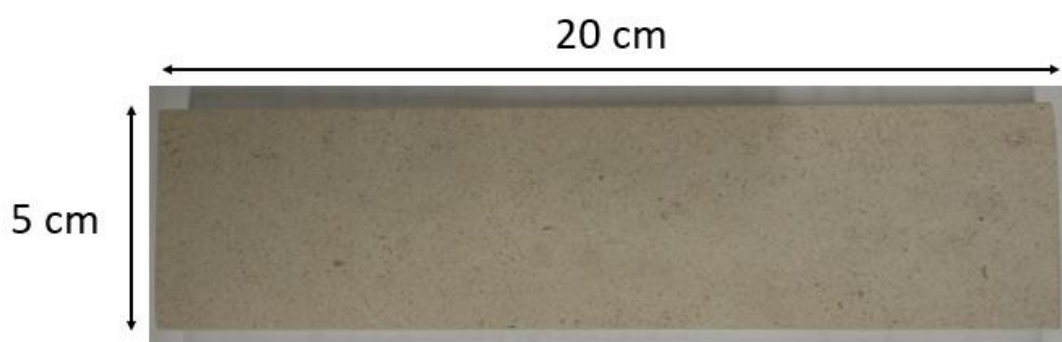


Figura A1 - Dimensões das bases de pedra nas quais foram realizados os ensaios de aderência por tração (Pull-Off).

2. As bases de pedra são lavadas abundantemente em água para remoção de poeiras para posteriormente serem caracterizadas relativamente às massas seca, saturada e imersa (medição direta) através das quais são determinadas as massas volúmicas real, aparente e aparente saturada e porosidade e teor de massa em água, determinadas de forma indireta recorrendo a expressões de acordo com a EN 1097:2013 (CEN, 2013). A massa seca é determinada depois de as bases serem colocadas numa estufa a 60° durante 72 horas. A massa saturada consiste em colocar as bases de pedra dentro de uma campânula ligada a uma bomba de vácuo e a um exsiccador (Figura A2a). Nas primeiras 24 horas, todo o ar é removido do interior da campânula para que a mesma esteja em vácuo, facilitando assim a entrada de água nos poros abertos. Nas seguintes 24 horas, a água é introduzida no interior da campânula à medida que a bomba retira simultaneamente o ar do interior da mesma. Nas últimas 24 horas as bases são deixadas imersas para que a água consiga penetrar completamente as mesmas. Posteriormente, a água em excesso é removida das faces das bases de pedra e são registadas as massas. A massa imersa é determinada colocando as bases de pedra num cesto metálico fixo a uma balança (Figura A2b), realizando assim a medição em condições hidrostáticas;

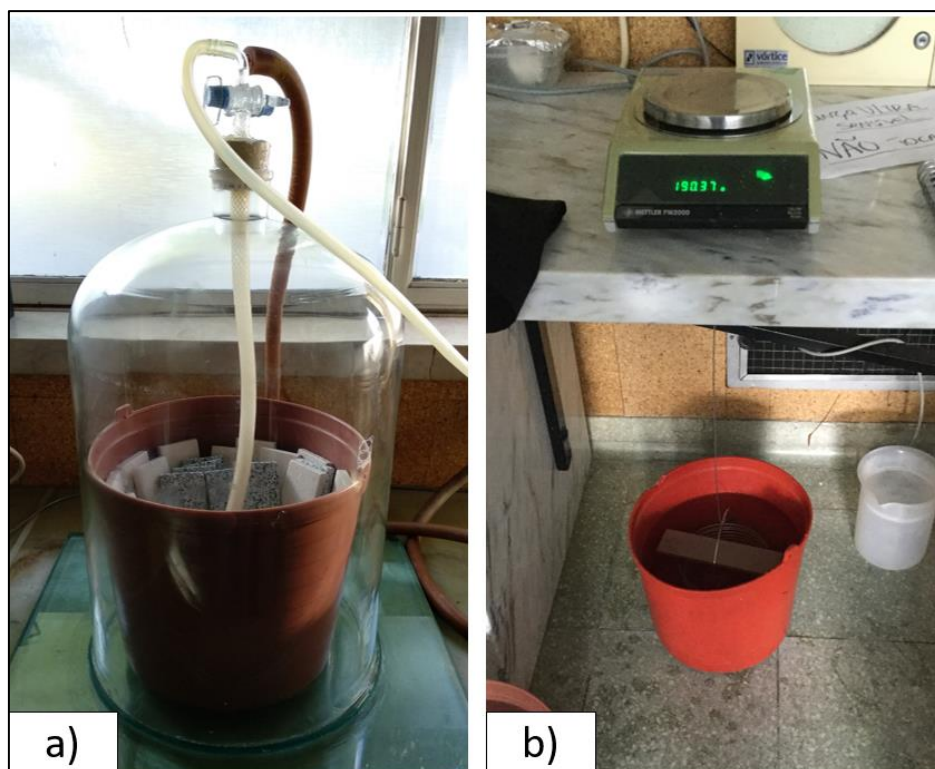


Figura A2 - Determinação da massa saturada (a) e massa imersa (b) das bases de pedra.

3. Para evitar contaminações, as bases de pedra depois de guardadas são novamente lavadas e atravessam um processo de secagem até obtenção de massa constante, estimado em  $17 + 3$  horas a  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , sendo posteriormente acondicionadas em exsiccador até serem utilizadas;
4. Sobre cada base, limpa e seca, são colocados 6 anéis metálicos (Figura A3) com diâmetro interno de 26 mm, fixos com uma pasta colocada na parte exterior que assegura não só a imobilização como também a estanquidade dos mesmos;



Figura A3 - Colocação dos anéis metálicos e respectivas pastas fixadoras e vedantes.

5. Conhecendo o diâmetro dos anéis, as densidades dos ligantes e pretendendo produzir uma espessura de 0,8 mm é possível determinar a massa, em função do material, a colocar dentro de cada anel para obtenção da espessura anteriormente referida (Figura A4). As bases

juntamente com amostras de betume/mastique são levadas à estufa a 150°C durante 1 h para que ambos estejam à mesma temperatura no momento da aplicação, realizada colocando as bases em balanças para que seja possível controlar a massa de ligante adicionada;

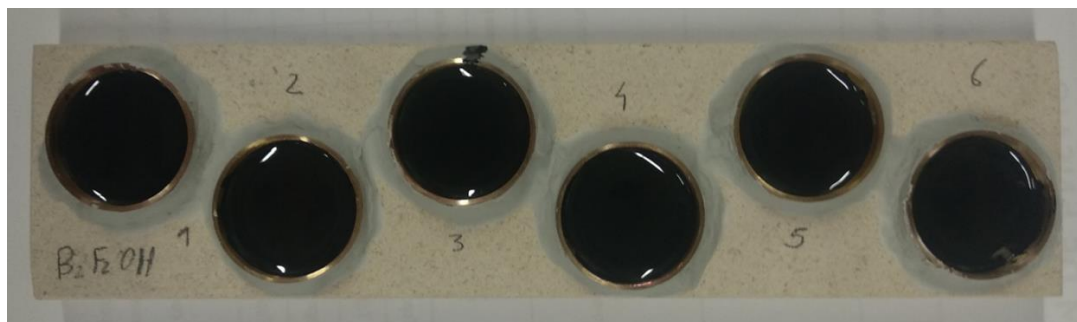


Figura A4 - Preenchimento dos anéis perfazendo a espessura de ligante pretendida.

6. De maneira a garantir que uma espessura constante é produzida, as bases são depois colocadas sobre uma base quente a 150°C garantindo assim a fluidez do ligante, sendo o mesmo espalhado com recurso a uma agulha metálica. As bases são posteriormente deixadas a arrefecer durante 2 h, em superfície plana, garantida através da utilização de um nível;
7. Posteriormente são colocadas numa sala climatizada a  $23\pm 2^{\circ}\text{C}$  e  $50\pm 5\%$  de humidade relativa durante 24 h e expostas a duas condições diferentes: imersas e não imersas em água. Passadas 24 h, os discos metálicos com 20 mm são colados (Figura A5) com super cola e o perímetro dos mesmos é rasado com recurso a uma faca quente, criando uma descontinuidade física no ligante;

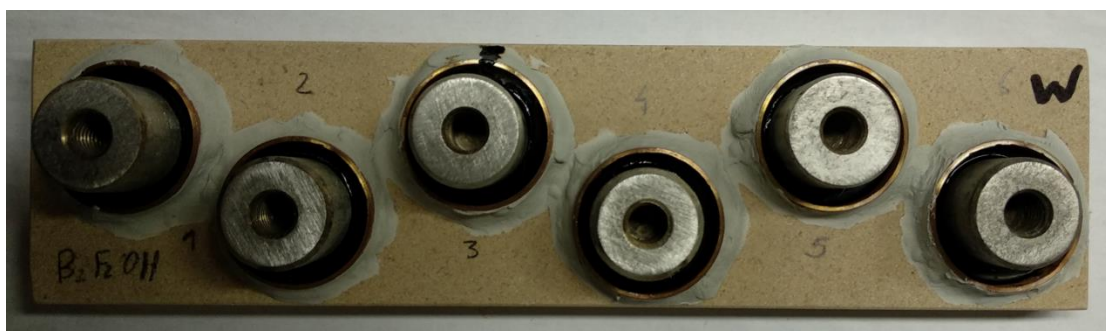


Figura A5 - Colocação dos discos metálicos para realização do ensaio de aderência por tração (Pull-Off) através de colagem.

8. Passadas 2 h o ensaio de aderência por tração (Pull-Off) é realizado (Figura A6), são registadas as forças de cedência e as áreas ensaiadas com o objetivo de obter as tensões de cedência de cada amostra;



Figura A6 - Ensaio de aderência por tração (Pull-Off).

9. Através do registo fotográfico de cada amostra após o ensaio (a) é possível obter a percentagem de rotura coesiva obtida. Para isso, é realizada a relação entre a área total de ensaio (b) e a área onde se verifica rotura coesiva (c e d) com registo à ferramenta AutoCAD (Figura A7).

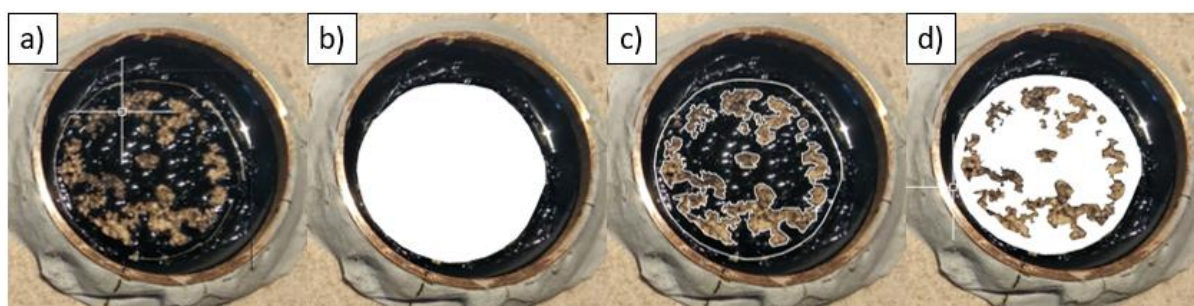


Figura A7 - Determinação das áreas de ensaio (a,b) e de rotura coesiva (c,d).



## Anexo B – Ensaio para determinação do ângulo de contacto e energia de superfície livre

Proposta de procedimento para o ensaio de determinação do ângulo de contacto e da energia de superfície livre recorrendo ao método de Wilhelmy.

1. Inicialmente são preparadas as lâminas de vidro. Devido ao facto de as lâminas adquiridas serem demasiado grandes houve a necessidade de as cortar em duas partes iguais com aproximadamente 3,5 cm de altura e 2,5 cm de largura, recorrendo para isso a um cortador manual com ponta em diamante;
2. As amostras de betume/mastique são levadas à estufa a 135°C e 150°C, respetivamente, durante cerca de 1 h para fluidificarem. As amostras são mexidas com uma vareta de vidro para homogeneização das mesmas, com particular atenção para os mastiques que tendem em ter deposição de filler no fundo do recipiente. Logo de seguida são vertidos para um recipiente metálico e colocado sobre uma placa quente (Figura B1) à respetiva temperatura da mistura para que a mesma seja conservada, garantido através de um termómetro incorporado no sistema;

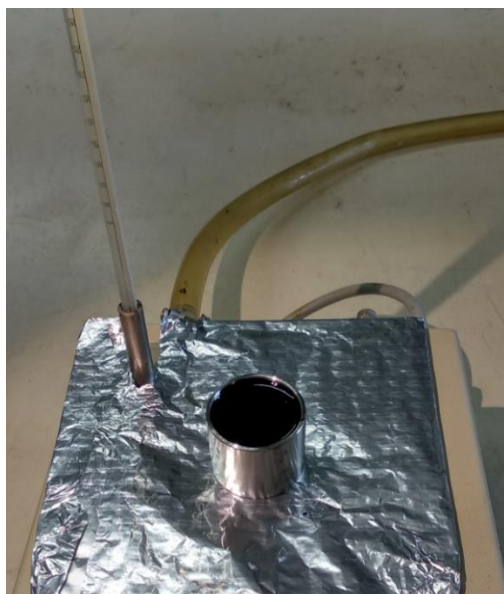


Figura B1 - Preparação do recipiente contendo a amostra a caracterizar.

3. As lâminas de vidro são passadas por uma chama quente para remoção de qualquer humidade que possa estar presente na mesma e logo de seguida são mergulhadas cerca de 1,5 cm na amostra de betume/mastique (Figura B2). O excesso de betume/mastique é removido

invertendo a lâmina de vidro deixando que o mesmo escorra, garantindo uma película de material o mais perfeita possível;

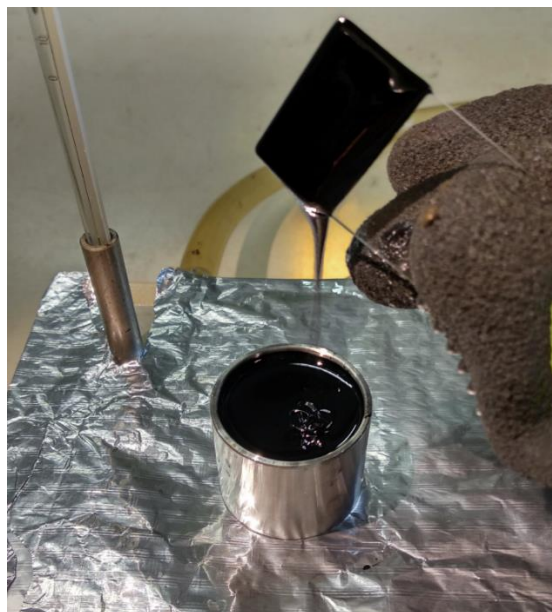


Figura B2 - Processo relativo à cobertura das lâminas de vidro.

4. As lâminas cobertas são invertidas e colocadas num suporte dentro de um exsicador (Figura B3) e posteriormente colocadas em ambiente controlado de  $22 \pm 2^\circ\text{C}$  e  $50 \pm 5\%$  de humidade relativa durante entre 24 a 36 h, intervalo de tempo no qual o ensaio será realizado;

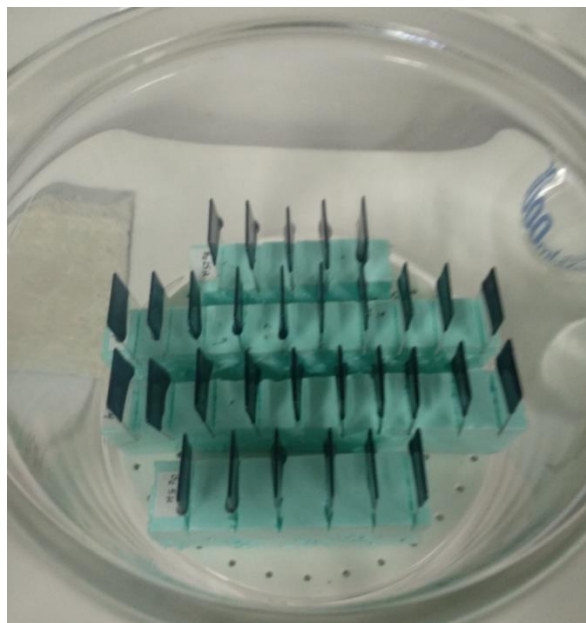


Figura B3 - Lâminas de vidro acondicionadas em exsicador.

5. A lâmina é colocada no interior do tensiómetro (Figura B4) e a mesma é aproximada o mais possível da superfície do líquido de referência, sem lhe tocar, garantindo sempre a verticalidade da mesma bem como a entrada em simultâneo no mesmo;

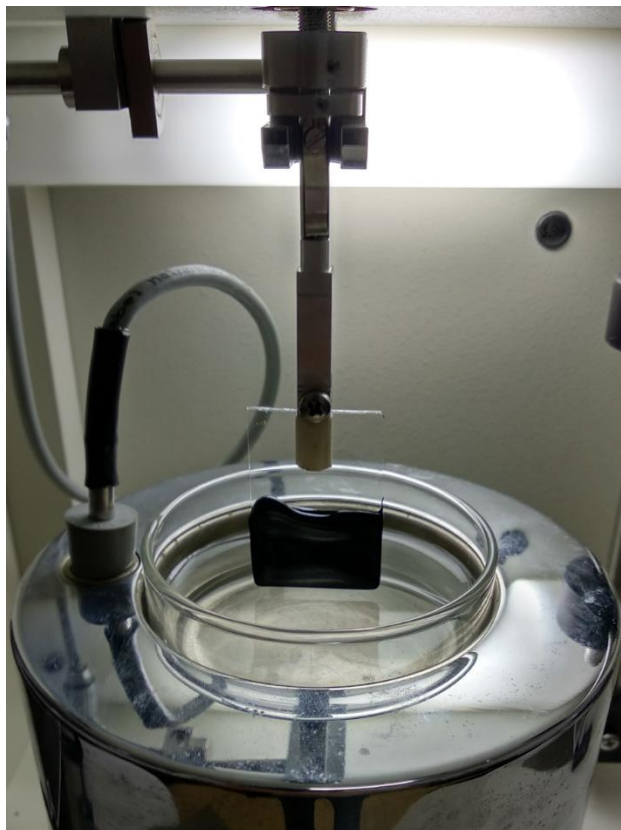


Figura B4 - Colocação da lâmina de vidro no tensiómetro.

6. São então feitas as configurações no software Kruss relativamente às propriedades da lâmina coberta (Figura B5), dos líquidos de referência (Figura B6), da velocidade a que a mesma é mergulhada (Figura B7), do recipiente no qual foi inserido o líquido de referência bem como os gráficos que pretendemos obter como resultados. São utilizados 4 líquidos de referência: água destilada, glicerol, etilenoglicol e diiodometano;
7. Quando o ensaio tem fim são obtidos dois gráficos: força Vs deslocamento e ângulo de contacto Vs deslocamento (Figura B8), sendo este último obtido a partir do primeiro. Para além dos gráficos, o software fornece os valores de ângulos de contacto médios tanto na fase descendente como na fase ascendente dos movimentos, bem como os respetivos valores para intervalos de deslocamento pretendidos.

**Contact Angle Measurement [Edit]**

**General Description**

Measurement Name:

Measurement Remark:

Configuration Template:  Script:

**Measurement Configuration**

Solid | Liquid | Procedure | Online CA | Vessel | Plots

**Solid Under Test**

Name:

Geometry:

Width:

Height:

Thickness:

Wetted Length:

Remarks:

Figura B5 - Propriedades físicas das lâminas de vidro.

**Contact Angle Measurement [Edit]**

**General Description**

Measurement Name:

Measurement Remark:

Configuration Template:  Script:

**Measurement Configuration**

Solid | Liquid | Procedure | Online CA | Vessel | Plots

**Liquid Phase**

Name:

Author:

Density:  Ref. Temp.:

SFT:

Disperse Part:  Acid Part:

Polar Part:  Base Part:

Remarks:

Figura B6 - Propriedades dos líquidos de referência (água).



**Contact Angle Measurement [Edit]**

**General Description**

Measurement Name:

Measurement Remark:

Configuration Template:  Script:

**Measurement Configuration**

Solid | Liquid | Procedure | Online CA | Vessel | Plots

**Procedure Control**

Cycles:

Detection Speed:

Detection Sensitivity:

Measuring Speed:

Pos. Difference:

Max. Immersion Depth:  Delay at Max. Immersion:

Min. Immersion Depth:  Delay at Min. Immersion:

OK Cancel Help Apply

Figura B7 - Configurações relativas ao ensaio.

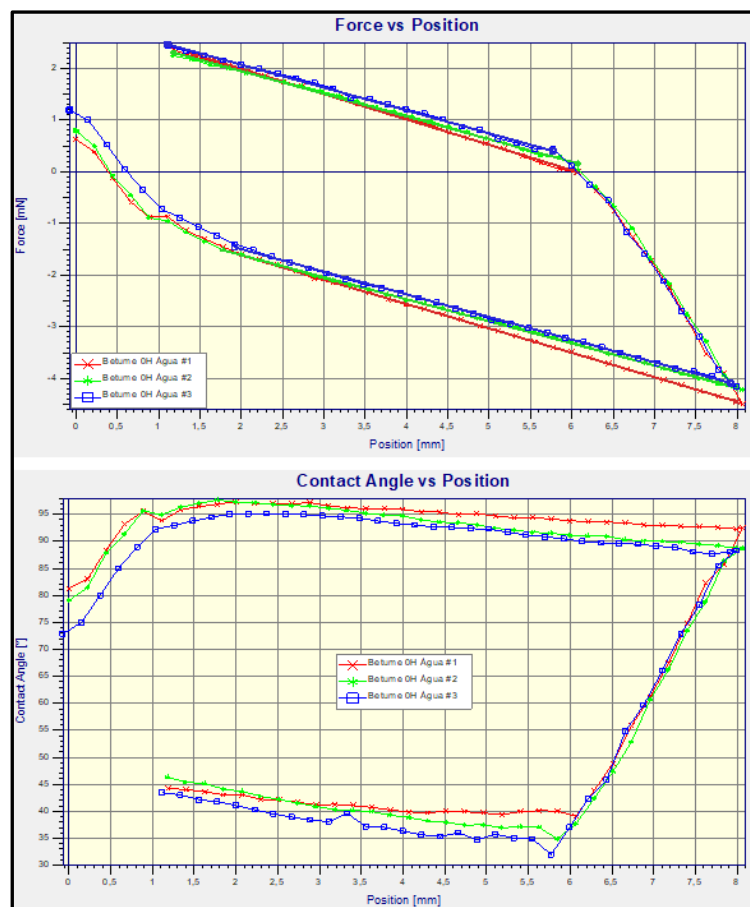


Figura B8 - Gráficos força Vs deslocamento e ângulo de contacto Vs deslocamento, respetivamente.